

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS

MARIA TEREZA MARTINS PÉREZ

ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE NO CIMENTO  
ODONTOLÓGICO IONÔMERO DE VIDRO

MANAUS

2021

MARIA TEREZA MARTINS PÉREZ

ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE NO CIMENTO  
ODONTOLÓGICO IONÔMERO DE VIDRO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM) da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais).

Orientador: Prof. Dr. Lizandro Manzato

MANAUS

2021

## Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

P999e Pérez, Maria Tereza Martins  
Estudo da incorporação de nanocelulose no cimento odontológico  
ionômero de vidro / Maria Tereza Martins Pérez . 2021  
62 f.: il. color; 31 cm.

Orientador: Lizandro Manzato  
Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) -  
Universidade Federal do Amazonas.

1. Ionômero de Vidro. 2. Nanocristais de Celulose. 3. Resistência  
à Compressão. 4. Drx. 5. Ftir. I. Manzato, Lizandro. II. Universidade  
Federal do Amazonas III. Título

## AGRADECIMENTOS

À Deus por suas infinitas bênçãos e pelo dom da vida. Tudo é por Ele.

À minha família, Francis, Alceu, Andrea e Heloisa, pelo apoio, incentivo, investimento, paciência, compreensão, amor e amizade. Vocês são tudo na minha vida.

Ao meu companheiro de vida, Bernardo, o amor da minha vida, meu melhor amigo, companheiro e parceiro. Amo muito você.

Ao meu orientador Lizandro Manzato por todo apoio, por ter acreditado em mim e no meu potencial, por ter viabilizado a realização deste trabalho.

Aos meus amigos Carolina, Mariana, Fernanda, Stephanie e Ricardo, meus irmãos que a odontologia da UEA me deu, vocês são família do coração, amo vocês.

Aos pesquisadores e amigos do LSCN Matheus, Juliana, Amanda, Marcus, Igor, Marcella, pelas risadas, pelos bolos e cafés juntos, vocês tornaram essa jornada mais leve. Em especial a minha amiga Jéssica Raíssa que me ajudou em todas as etapas e me presenteou com uma sincera amizade.

Aos técnicos Wanison Pessoa e Mitusuo Takeno pela realização dos ensaios mecânicos, pela paciência e amizade.

Aos meus professores da UEA Brigitte Nichthausen, Francisco Pantoja, Cristiane Leal, Alexandra Pieri, Lígia Vasconcelos, Carolina Augusto e Cíntia Carvalhal, pela amizade, pelos ensinamentos, por terem me incentivado na pesquisa e ensino e por sempre terem acreditado em mim.

A empresa BIC da Amazônia pela doação do dispositivo para adaptação da prensa mecânica.

## RESUMO

O cimento de ionômero de vidro convencional restaurador (ionômero de vidro) é um material restaurador de uso versátil na odontologia. Apresenta excelentes propriedades como liberação de flúor e adesão a estrutura dentária, entretanto não apresenta boa resistência mecânica. Essa limitação não permite o seu uso em áreas de grande esforço mastigatório. A nanocelulose tem sido usada como agente de reforço em diversos tipos de materiais. O seu uso na área biomédica e odontológica deve-se a sua capacidade de reforçar a matriz de compósitos. A nanocelulose pode ser extraída na forma de nanocristais (CNC). Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar se a adição de CNC melhora as propriedades mecânicas do ionômero de vidro. Foram confeccionados os corpos de prova, divididos em grupos contendo a porcentagem em peso de CNC (0,2%, 0,4% e 0,6%) e um grupo controle (sem modificações). As técnicas de caracterização foram FTIR e DRX. O FTIR demonstrou que não há diferença das ligações químicas entre o GC e os grupos com adição. Foram avaliadas as propriedades mecânicas do material após 24h pelos ensaios de resistência à compressão e resistência à tração por compressão diametral. Os resultados foram tratados e plotados, obtendo os gráficos de tensão X deformação, a média de cada grupo pontos da máxima deformação, onde o GC apresentou média e desvio-padrão de 91,52 (3,36) MPa; 0,2% de 109,11 (10,51) MPa; 0,4% de 93,19 (1,97) MPa e 0,6% 76,63 (8,49) MPa. Os dados foram analisados por meio da análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey apresentaram diferenças significantes entre os grupos. O grupo com adição de 0,2% apresentou média de 109,11 ( $\pm$  10,51) MPa, sendo o melhor grupo, um aumento de 19% quando comparado ao grupo controle. O grupo com adição de 0,4% um aumento de 1,8% e o de 0,6% uma diminuição de 16%.

Palavras-chave: ionômero de vidro, nanocristais de celulose, resistência à compressão, DRX, FTIR.

## ABSTRACT

Conventional glass ionomer cement is a versatile restorative material in dentistry. It has excellent properties such as fluoride release and adhesion to tooth structure, however it does not have good mechanical resistance. This limitation does not allow its use in areas of great masticatory effort. A nanocellulose has been used as a reinforcing agent in different types of materials. Its use in the biomedical and dental field is due to its ability to reinforce the composite matrix. A nanocellulose can be extracted in the form of nanocrystals (CNC). Thus, the aim of this work was to evaluate whether the addition of CNC improves the mechanical properties of the material. The specimens were made, divided into groups containing the percentage by weight of CNC (0.2%, 0.4% and 0.6%) and a control group (without modifications). The characterization techniques were FTIR and DRX. The active FTIR that there is no difference in bindings between the GC and the groups with addition. They were evaluated as mechanical properties of the cement after 24 hours by compressive strength and tensile strength by diametrical compression tests. The results were treated and plotted, obtaining the stress X strain graphs, the mean of each group of points of maximum strain, where the CG presented mean and standard deviation of 91.52 (3.36) MPa; 0.2% of 109.11 (10.51) MPa; 0.4% of 93.19 (1.97) MPa and 0.6% 76.63 (8.49) MPa. Data were dissipated through analysis of variance (ANOVA) and significant differences between groups. The group with the addition of 0.2% mean presentation of 109.11 ( $\pm$  10.51) MPa, being the best group, an increase of 19% when compared to the control group. The group with the addition of 0.4% an increase of 1.8% and the 0.6% group a decrease of 16%.

Keywords: glass ionomer cement, cellulose nanocrystals, mechanical properties, XRD, FTIR.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Cimento de ionômero de vidro Maxxion R, para restauração, embalagem com 1 frasco de cimento em pó com 15g, 1 frasco de líquido com 10g, 1 colher dosadora de pó e 1 bloco de espatulação.....	15
Figura 2 - Cimento de ionômero de vidro Maxxion C, para cimentação, embalagem com 1 frasco de cimento em pó com 15g, 1 frasco de líquido com 10g, 1 colher dosadora de pó e 1 bloco de espatulação.....	16
Figura 3 - Cimento de ionômero de vidro F, para forração.....	16
Figura 4 - Manipulação do cimento de ionômero de vidro.....	17
Figura 5 - (A) Cimento de Ionômero de vidro encapsulado, (B) Cápsula inserida no amalgamador, (C) Amalgamador.....	18
Figura 6 - Estrutura dos tipos de ácidos que fazer parte dos poliácidos do líquido do ionômero de vidro.....	20
Figura 7 - Superfície de uma restauração em ionômero de vidro com trincas devido a proteção contra a umidade ter sido inadequada.....	21
Figura 8 - Em azul escuro são as partículas de vidro não dissolvidas, envoltas pelo gel em azul claro, os íons $Al^{+3}$ e $Ca^{+2}$ formam polissais com os grupos $COO^-$ do ácido poliacrílico, formando uma estrutura de ligações cruzadas.....	22
Figura 9- Estrutura hierárquica da madeira da árvore até a obtenção de celulose.....	30
Figura 10 - Estrutura principal da parede celular da planta na biomassa lignocelulósicas, composta por lignina, hemicelulose e celulose. ....	30
Figura 11 - Nanocristais de celulose extraídos a partir de fibrilas de celulose após hidrólise ácida.....	32
Figura 12 - Nanofibrilas de celulose obtidos a partir de fibrilas de celulose após processamento mecânico.....	32
Figura 13 - Resumo comparativo entre os nanocristais e nanofibrilas de celulose.....	33
Figura 14 Matriz bipartida de aço.....	35
Figura 15 Bancada com material para moldagem dos corpos de prova.....	35
Figura 16 Manta aquecedora com o líquido do cimento e barra magnética de teflon agitando o líquido.....	37
Figura 17 - Manipulação do ionômero de vidro com espátula nº 24 e cronômetro.....	38
Figura 18 Operador treinado manipulando o cimento.....	38
Figura 19 Inserção na matriz com auxílio de calcadores.....	39

Figura 20 Conjunto matriz, placas de vidro, tiras de poliéster e pesos prontos para serem levados a estufa.....	39
Figura 21 Corpos de prova após 1h sem os acabamentos .....	40
Figura 22 Paquímetro digital medindo um corpo de prova .....	40
Figura 23 Estufa com o higrômetro e os epedorffs contendo os corpos de prova.....	40
Figura 24 Prensa mecânica MicroTest, modelo EM2/200/FR (capacidade total de 200 kN).....	41
Figura 25 Dispositivos utilizados na adaptação da prensa mecânica para os ensaios mecânicos .....	42
Figura 26 Tensão X Deformação grupo controle .....	45
Figura 27 Distribuição das médias e desvio padrão da resistência à compressão .....	46
Figura 28 Tensão X Deformação grupo adição de 0,2% .....	46
Figura 29 Tensão X Deformação grupo adição de 0,4% .....	47
Figura 30 Tensão X Deformação grupo adição de 0,6% .....	48
Figura 31 FTIR dos 4 grupos.....	51
Figura 32 Padrão de DRX do pó do ionômero de vidro .....	52



**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Composição do Cimento de Ionômero de Vidro Convencional.....	18
Tabela 2 - Nomenclatura do grupo controle e os grupos com adição de nanocristais..	36
Tabela 3 Média e DP resistência máxima à compressão .....	45
Tabela 4 Módulo de elasticidade .....	49
Tabela 5 Média e DP resistência máxima à compressão por tração diametral.....	49
Tabela 6 Distribuição das médias e desvio padrão da resistência à tração por compressão diametral .....	50

## LISTA DE SIGLAS

ART	<i>Atraumatic restorative treatment</i>
CNC	<i>Cellulose nanocrystals</i>
CmF	<i>Cellulose microfibrils</i>
CTHM	Centro de Tecnologia Prof. Harlan Julu Guerra Marcelice
DRX	Difratometria de raios X
EDS	Espectroscopia de raios X por dispersão de energia
FTIR	<i>Fourier transform infrared spectroscopy</i>
ICSD	<i>Inorganic Crystal Structure Database</i>
IFAM	Instituto Federal do Amazonas
INPA	Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LSCN	Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 OBJETIVOS.....	13
2.1 Objetivo Geral.....	13
2.2 Objetivos Específicos.....	13
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	13
3.1 Cimento de ionômero de vidro.....	13
3.1.1 Os precursores do cimento de ionômero de vidro e o seu surgimento.....	13
3.1.2 Classificação, composição e manipulação do ionômero de vidro.....	15
3.1.3 Reação de presa (geleificação).....	21
3.1.4 Características, vantagens e desvantagens do cimento de ionômero convencional e dos modificados.....	22
3.1.5 Características e composição elementar dos cimentos comerciais.....	24
3.1.6 Cimento de ionômero de vidro reforçados por fibras, cristais, polímeros ...	24
3.1.7 Cimento de ionômero de vidro reforçados por nanofibrilas e nanocristais de celulose.....	26
3.2 Celulose: uma fonte renovável.....	28
3.2.1 Fontes de celulose e sua estrutura.....	29
3.2.2 Tipos de nanocelulose.....	31
3.2.3 Vantagens e aplicações da nanocelulose.....	33
4 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	34
4.1 MATERIAIS.....	34
4.1.1 Cimento de ionômero de vidro restaurador.....	34
4.1.2 Nanocristais de celulose.....	35
4.1.3 Matriz bipartida.....	35
4.1.4 Materiais de moldagem.....	35
4.2 Divisão dos grupos dos corpos de prova.....	36
4.3 Incorporação de nanocristais de celulose ao cimento de ionômero de vidro.....	36
4.4 Preparação das amostras e confecção dos corpos de prova.....	37
4.5 Estudo piloto para definição dos parâmetros.....	37
4.6 Parâmetros e método de moldagem.....	38
4.7 Ensaios mecânicos.....	41
4.7.1 Resistência à compressão:.....	42
4.7.2 Módulo de elasticidade.....	43
4.7.3 Resistência à tração diametral:.....	43

4.7.4	Processamento dos dados obtidos nos testes de resistência mecânica .....	43
4.8	Técnicas de caracterização .....	44
4.8.1	Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR): .....	44
4.8.2	Difratometria de Raios X (DRX) .....	44
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	44
5.1	Resistência à compressão axial e diametral .....	44
5.2	Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) .....	50
5.3	Difratometria de Raios X (DRX) .....	51
6	CONCLUSÕES .....	53
7	TRABALHOS FUTUROS .....	54
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	55
9.	APÊNDICE .....	61
9.1	ANOVA – Teste de Resistência à compressão .....	61
9.2	ANOVA – Teste de resistência à tração por compressão diametral .....	61

## 1 INTRODUÇÃO

O ionômero de vidro é um material restaurador consagrado na odontologia. A sua comercialização iniciou-se em 1970 e, desde então, tem sido objeto de diversas pesquisas para solucionar uma característica que limita o seu uso: a baixa resistência mecânica (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; E BAHSI, S SAGMAK; , O CELLIK, 2019). Apesar disso, as suas principais vantagens são a liberação de flúor na interface dente-restauração (SIDHU; NICHOLSON, 2016). Além disso, apresenta versatilidade clínica, podendo ser usado para diversos fins como restauração, cimentação, preenchimento de núcleo, forramento e base (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; CORRÊA; OGASAWARA, 2006).

Apesar de possuir diversas aplicações, a baixa resistência mecânica faz com que um aumento na resistência e uma melhoria nas propriedades mecânicas seja objetivo de diversas pesquisas. Há relatos de diversos materiais utilizados para esse aumento. Alguns dos estudos adicionaram fibras de vidro, fibras de carbono, nanopartículas de TiO<sub>2</sub>, partículas de prata, teobromina e nanocelulose (BAIG; FLEMING, 2015; SILVA, 2013).

Os avanços na nanotecnologia permitem que novos materiais, na escala nano, ganhem prestígio nas pesquisas e na indústria. Dentre esses materiais destaca-se a nanocelulose devido as suas propriedades atraentes, uma vez que possui excelentes propriedades mecânicas, alta área de superfície, grupos hidroxila para modificação e provém de fontes renováveis (HALIB et al., 2017) A nanocelulose pode ser extraída da celulose, e, dependendo do método de extração, obter-se nanocristais de celulose (CNC) ou nanofibrilas de celulose (NFC). Há também a nanocelulose excretadas por bactérias (PHANTHONG et al., 2018).

A nanocelulose apresenta excelentes propriedades mecânicas, dessa forma, são usadas para aumentar a resistência de diversos materiais (KARGARZADEH et al., 2017; PHANTHONG et al., 2018). Por isso uma de suas diversas aplicações são como agentes de reforço de compósitos (HALIB et al., 2017; SHAK; PANG; MAH, 2018; SHANKARAN, 2018), tais como o ionômero de vidro.

A adição de nanocelulose ao ionômero de vidro para reforçá-lo com o objetivo de aumentar as suas propriedades mecânicas demonstraram melhoras significativas destas, compatibilidade e reatividade entre a nanocelulose e a matriz cimentícia e biocompatibilidade (MENEZES-SILVA et al., 2019a, 2016; SILVA et al., 2013; SILVA, 2013).

Assim o presente estudo avalia a incorporação de nanocristais de celulose no ionômero de vidro. Afim de unir ambos os materiais disponíveis comercialmente e melhorar os ionômeros disponíveis no mercado, uma vez que o ionômero de vidro é amplamente utilizado na odontologia

por apresentar ótimas características, mas que apresenta necessidade de melhorar a resistência mecânica.

## **2 OBJETIVOS**

### 2.1 Objetivo Geral

Avaliar se a adição de nanocristais de celulose melhora as propriedades mecânicas do ionômero de vidro.

### 2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar as propriedades mecânicas do ionômero após a adição de diferentes quantidades de nanocristais de celulose e compará-los com o grupo controle, pelos ensaios de resistência à compressão, módulo de elasticidade e resistência à compressão diametral;
- Caracterizar o ionômero sem modificações e o modificado por Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e por Difractometria de raios X (DRX).

## **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### 3. Ionômero de vidro

#### 3.1.1 Os precursores do ionômero de vidro e o seu surgimento

O cimento de ionômero de vidro convencional foi desenvolvido em 1971, resultado da evolução dos cimentos de silicato e poliacarboxilato. O cimento de silicato era o principal material de escolha para restauração da dentição anterior, entretanto eram poucos resistentes, sensíveis a erosão ácida e não possuíam boa adesão à estrutura dentária, além de não serem biocompatíveis. (BAIG; FLEMING, 2015; SILVA et al., 2010; WILSON, 1996; WILSON;

BATCHELOR, 1968). Foram então realizadas diversas modificações para melhorar suas características, uma delas foi a modificação do pó para aumentar a reatividade com o líquido, este por sua vez sofreu modificações tornando-se poliácido para melhorar a manipulação, manuseio e durabilidade (BAIG; FLEMING, 2015).

A primeira tentativa de melhorar o cimento de silicato foi após a compreensão que sua matriz era composta de fosfato de alumínio e cálcio, dessa forma houve a substituição do ácido fosfórico por um ácido orgânico mais fraco (BAIG; FLEMING, 2015; SILVA et al., 2010; WILSON, 1996; WILSON; BATCHELOR, 1968). A modificação foi o teste de um poliácido composto pelos ácidos pirúvico, tartárico, tânico, fluorobórico, glicerofosfórico e tetrafosfórico, em diversas concentrações, e misturados ao pó de aluminossilicato. Os resultados foram cimentos com bom tempo de trabalho, porém tempo de geleificação lento e baixa estabilidade hidrolítica, impossibilitando o seu uso clínico (BAIG; FLEMING, 2015; SILVA et al., 2010; WILSON, 1996; WILSON; BATCHELOR, 1968).

Outra descoberta importante para os avanços nas modificações do ionômero de vidro a compressão da reatividade do vidro ser controlada pela razão alumina: sílica, levando a cimentos hidroliticamente estáveis ao reformular o vidro. Entretanto, não bastou apenas modificar essa relação e, sim, após a adição de flúor e cálcio, que surgiu o cimento sob o nome ASPA (poliacrilato de aluminossilicato) (BAIG; FLEMING, 2015; SILVA et al., 2010). Este possuía um elevado tempo de presa (geleificação) e acabava sofrendo influencia pelo ambiente úmido do meio bucal, levantando essa questão como um ponto a ser solucionado, pois o cimento sofria com a perda e ganho de água (BAIG; FLEMING, 2015; WANDERLEY et al., 2019).

Para melhorar as características do cimento promissor, testaram a adição de um quelante ao adicionar ácido cítrico, salicílico, acetilona, poliglicol e ácido tartárico, observando o endurecimento do cimento com o uso de cada um. De todos, o ácido tartárico aumentou o tempo de trabalho, diminuiu o tempo de endurecimento, aumentou a resistência à fratura e à dissolução ácida. Assim, a principal função do ácido tartárico é aumentar o tempo de trabalho (SILVA et al., 2010; WANDERLEY et al., 2019; WILSON, 1996; WILSON; CRISP; FERNER, 1976; WILSON; BATCHELOR, 1968).

Após diversos testes, o cimento de ionômero de vidro foi comercializado em 1975 sob o nome “ASPA”, na apresentação clínica de pó e líquido, para mistura manual. Ao realizarem testes de manipulação evidenciaram a necessidade do uso de ionômero previamente dosado, evitando a variabilidade no manuseio pelo usuário ao realizar a proporção do pó e líquido, assim, em 1978 comercializou-se o “ASPA” encapsulado (KENT; LEWIS; WILSON, 1979; SILVA et al., 2010; WILSON, 1996).

### 3.1.2 Classificação, composição e manipulação do ionômero de vidro

É um material versátil, com diversas aplicações clínicas, bem difundido na odontologia, podendo ser usado, de acordo com a sua finalidade, em coroas protéticas, pinos intracanal, material para base e forramento de cavidades dentárias, selamentos de fôssulas e fissuras, tratamentos endodônticos e no Tratamento Restaurador Atraumático (ART). A técnica ART consiste na remoção por meio de colheres de dentina o tecido cariado, restauração da cavidade e selamento com o ionômero de vidro (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FOOK et al., 2008; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

A classificação quanto à composição os divide em convencional, de alta viscosidade, modificado por resina e reforçado por metais (FOOK et al., 2008). Há também os cimentos anidros, os carbômeros e as resinas modificadas por poliácidos (WANDERLEY et al., 2011). A classificação da ISO é quanto à finalidade clínica é dividida em tipo I para cimentação, tipo II para restauração, tipo III para forramento ou base. Algumas das aplicações clínicas do ionômero de vidro são nas áreas de odontologia restauradora, odontopediatria, cirurgia endodôntica, pós-endodôntica, tratamento restaurador atraumático (ART) e próteses dentárias (BAIG; FLEMING, 2015; MENEZES-SILVA; PEREIRA; SANTOS, 2017; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Figura 1 - Ionômero de vidro restaurador da marca Maxxion R, embalagem com 1 frasco de pó com 15g, 1 frasco de líquido com 10g, 1 colher dosadora de pó e 1 bloco de espatulação



Fonte: FGM, DENTSCARE LTDA, Brasil



Figura 2 - Ionômero de vidro da marca Maxxion C para cimentação, embalagem com 1 frasco de pó com 15g, 1 frasco de líquido com 10g, 1 colher dosadora de pó e 1 bloco de espatulação



Fonte: FGM, DENTSCARE LTDA, Brasil

Figura 3 - Ionômero de vidro F, para forração



Fonte: SS White Artigos Dentários Ltda

As apresentações comerciais o dividem em 2 frascos sendo o pó e o líquido para espatulação (Figuras 6, 7 e 8), em bloco de papel ou placa de vidro e com a espátula flexível (nº 24), contendo uma colher dosadora; em cápsula dosadas e levadas ao amalgamador para mistura (Figura 10 A-B-C); em pastas, sendo 2 pastas dosadas e misturadas na placa de vidro e manipuladas com espátula flexível (nº 24) (MENEZES-SILVA et al., 2019a; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

A manipulação na clínica do ionômero de vidro precisa ser realizada seguindo corretamente o passo a passo e as recomendações do fabricante. Esta etapa é delicada e, se, por imperícia do profissional, o material não for proporcionado corretamente, ou manipulado com os instrumentais adequados, o resultado final do material pode ficar comprometido (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FOOK et al., 2008).

Dessa forma os fatores que devem ser controlados pelo profissional são o uso da correta proporção de pó e líquido, de acordo com cada fabricante, o uso dos materiais adequados para a manipulação, o uso de isolamento na cavidade bucal para controle da umidade no meio (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; E BAHSI, S SAGMAK; , O CELLIK, 2019). Caso

algum desses fatores não seja controlado o ionômero pode apresentar solubilidade, a sua resistência diminuída, problemas de adesão a estrutura dental (SIDHU; NICHOLSON, 2016; STAMBOULIS; HILL; LAW, 2005).

A manipulação do ionômero de vidro de apresentação comercial de 2 frascos (Figuras 6, 7 e 8), o de líquido e o de pó, consiste em previamente remover o tecido cariado ou limpar a cavidade, de acordo com a finalidade, o condicionamento da cavidade com o líquido (o ácido do ionômero) por 10 segundos, lavar em abundância e secar cuidadosamente evitando a desidratação excessiva. Agitar o frasco do pó para a homogeneização. A temperatura ambiente deve ser entre 18 °C e 28 °C, pois abaixo disso o tempo de trabalho diminui, acima aumenta (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; E BAHSI, S SAGMAK; , O CELLIK, 2019).

O pó deve ser proporcionado com a colher medidora, de acordo com as proporções de cada fabricante, e colocado na placa de vidro, como na Figura 9, ou bloco de espatulação. Despejar a quantidade de gotas definida pelo fabricante na placa. Dividir ao meio a quantidade de pó, incorporar ao líquido aos poucos, o tempo de manipulação e mistura deve ser entre 45 segundos a 1 minuto, usando uma espátula plástica ou espátula flexível número 24 (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; CORRÊA; OGASAWARA, 2006; PORENCZUK et al., 2019; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Figura 4 - Manipulação do ionômero de vidro



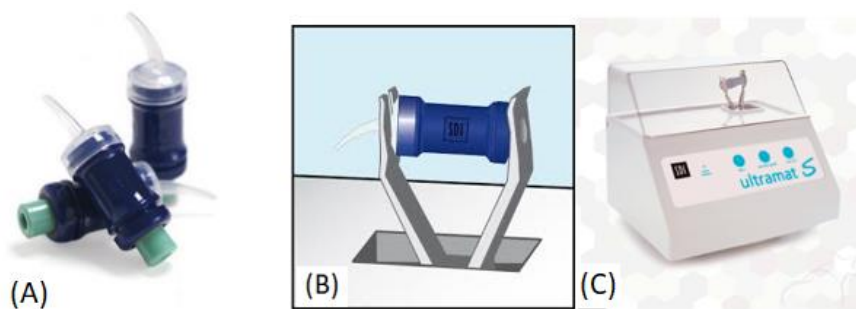
Fonte: USP, 2013. Disponível em: <http://eaulas.usp.br/portal/video.action?idItem=3254>

Após a mistura deve-se levar a cavidade, usando uma seringa específica *Centrix* (Centrix, DFL Ind., São Paulo, SP, Brasil), ou um aplicador de hidróxido de cálcio ou uma espátula de inserção, enquanto ainda apresenta brilho, entre 3 e 4 minutos já ocorre a presa inicial do material (BAIG; FLEMING, 2015; MENNE-HAPP; ILIE, 2013). A presa final é após 24h, por esse motivo deve-se proteger do meio a restauração com o uso de um agente de

proteção superficial (selante de superfície do próprio fabricante, vaselina e em caso de ausência destes usa-se esmalte de unhas incolor) (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013).

O ionômero de vidro encapsulado dispensa a espatulação manual, uma vez que as cápsulas já são dosadas, sendo apenas necessário a agitação mecânica, assim uma de suas vantagens é a diminuição de possíveis erros durante a proporção de líquido e pó ou durante a manipulação. Os passos que antecedem a manipulação são os mesmos do ionômero de 2 frascos (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Figura 5 - (A) Ionômero de vidro encapsulado, (B) Cápsula inserida no amalgamador, (C) Amalgamador



Fonte: SDI Brasil Industria e Comercio Ltda

As cápsulas possuem uma membrana interna que separa o pó e o líquido, estes já estão dosados nas proporções adequadas. A membrana é rompida ao empurrar o êmbolo da cápsula (Figura 10 A) e levada ao amalgamador para agitação por 10 segundos (Figura 10 B e C). Com o auxílio de um aplicador próprio, leva-se a cápsula para inserção do material na cavidade. Após a presa inicial de 4 minutos, faz-se a aplicação do selante de superfície (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; DOWLING; SCHMITT; FLEMING, 2014; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Tabela 1 - Composição do Ionômero de Vidro Restaurador

Pó	Elementos (%)	Líquido	Elementos (%)
CaF <sub>2</sub>	34,3	Água	45,0
SiO <sub>2</sub>	29,0	Ácido poliacrílico	30,0

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16,6	Ácido tartárico	10,0
Mg,Na	20,1	Ácido itacônico	15,0

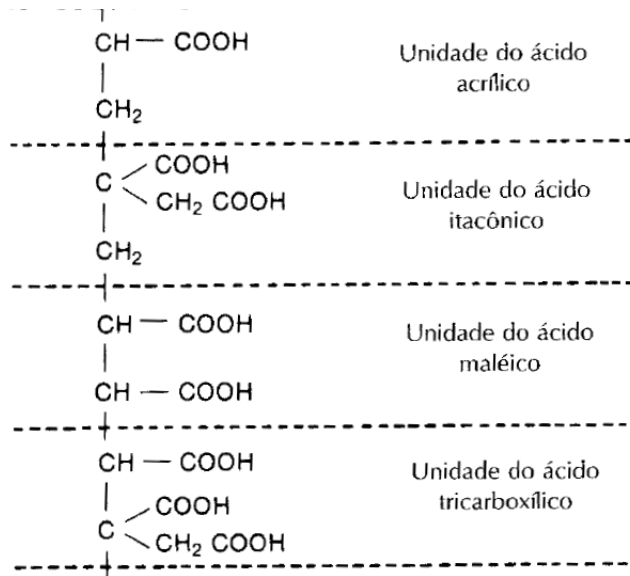
---

Fonte: adaptado de Corrêa e Ogasawara (2006)

O ionômero de vidro convencional que se apresenta comercialmente como um pó e um líquido tem a sua composição na Tabela 1 (CORRÊA; OGASAWARA, 2006). O pó consiste em Sílica (SiO<sub>2</sub>), Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e Fluoreto de Cálcio (CaF<sub>2</sub>) de caráter básico para poderem reagir com o ácido do líquido e formar um sal (WANDERLEY et al., 2019). O vidro de alumínio-silicato, com adição de fluoreto e fosfato, apresenta resultados clínicos satisfatórios (MOBERG et al., 2019; STAMBOULIS; HILL; LAW, 2005). Há também a presença de cálcio, este em alguns estudos foi substituído por estrôncio para aumentar a radiopacidade, sem modificar o aspecto estético, e em alguns casos essa substituição aumentou a liberação de flúor (E BAHSI, S SAGMAK; , O CELLIK, 2019; SHAHID et al., 2013).

Os vidros a base de sílica não são reativos nem básicos devidos a sua estrutura de tetraedros de SiO<sub>4</sub> ligados em cadeia. Ao adicionar alumina, há uma reconfiguração e o alumínio apresenta uma geometria tetraédrica, o AlO<sub>4</sub> tetraedro. Como o alumínio possui carga +3 e o oxigênio possui carga +4, o Na<sup>+</sup> e o Ca<sup>+</sup> acabam ligando-se ao Al, portanto o caráter básico e a reatividade se devem a presença de Na<sup>+</sup> e Ca<sup>+2</sup> (ou Sr<sup>+2</sup>). Outro elemento essencial é o fluoreto que é liberado ao ser inserido na cavidade e interage com a interface dente-restauração (FAREED; STAMBOULIS, 2014; STAMBOULIS; HILL; LAW, 2005).

Figura 6 - Estrutura dos tipos de ácidos que fazem parte dos poliácidos do líquido do ionômero de vidro



Fonte: Anusavice; Shen; Rawls (2013)

O líquido é composto por homopolímero ou copolímero de ácido acrílico, com os copolímeros podendo ser ácido itacônico, tricarbálico, maléico ou tartárico (figura 11). Estes aumentam a reatividade e diminuem a viscosidade do cimento, o ácido tartárico é responsável pelo aumento no tempo de presa e o itacônico impede a reação dos ácidos entre si durante o armazenamento (SIDHU; NICHOLSON, 2016; WILSON, 1996; YLI-URPO et al., 2019).

Há uma marca que utiliza um poliácido (ácido acrílico) contendo ácido vinil fosforoso, e o seu uso é apenas para modificar o tempo de reação de presa (SIDHU; NICHOLSON, 2016). O polímero influencia nas propriedades do cimento final, dessa forma altos pesos moleculares aumenta a resistência do cimento, entretanto aumentam a viscosidade, uma propriedade que nem sempre é desejada. Assim os pesos moleculares são usados de forma a balancear esses efeitos (BAIG; FLEMING, 2015; FAREED; STAMBOULIS, 2014).

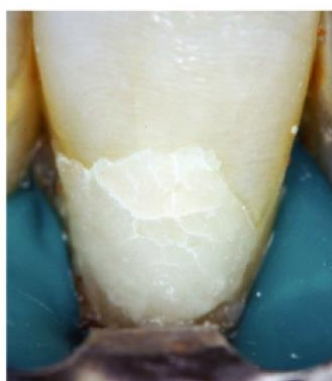
Diversos estudos foram realizados com os ácidos citados. Os cimentos de homopolímeros de ácido acrílico apresentaram aumento na resistência a compressão. Os cimentos de copolímeros de ácido acrílico e maléico apresentaram aumento de resistência a compressão até um ponto, com declínio. Do ponto de vista clínico, não há evidências que essa diferença de resistência a compressão indique que um tipo seja superior ao outro (BAIG; FLEMING, 2015; MOBERG et al., 2019; SIDHU; NICHOLSON, 2016; WANDERLEY et al., 2019; WILSON, 1996; YLI-URPO et al., 2019).

### 3.1.3 Reação de presa (geleificação)

Na manipulação, a reação de presa é do tipo ácido-base para formar um sal hidratado, que atua como matriz de ligação entre as partículas de vidro (SPAJIC et al., 2019; WANDERLEY et al., 2011). A reação de presa ocorre em três fases: deslocamento de íons, formação da matriz de hidrogel e o gel de polissais. É do tipo ácido-base, aonde os íons  $H^+$  são liberados dos grupos carboxílicos, reduzindo o pH do meio, assim as partículas são dissolvidas, liberando cálcio ( $Ca^{2+}$ ), alumina ( $Al^{+3}$ ) e flúor ( $F^+$ ). Estes se ligam aos grupos  $COO^-$  das cadeias do ácido formando a matriz de policarboxilato de cálcio, que se liga a dois grupos carboxílicos, e de alumínio que se liga a três grupos carboxílicos. Essa matriz envolve as partículas que não foram totalmente dissolvidas (FOOK et al., 2008; WANDERLEY et al., 2011; YLI-URPO et al., 2019).

A água tem um papel crítico na reação de presa do ionômero de vidro. Ela é o meio no qual ocorre a reação, hidratando a matriz formada de ligações cruzadas e formando uma matriz estável e resistente. Assim, se o cimento recém-misturado for exposto ao meio bucal sem nenhuma camada de proteção, ou isolamento, a superfície irá apresentar fendas e trincas, como resultado da desidratação (Figura 12) (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). Se ocorrer contaminação com água ao ser inserido na cavidade, mesmo por algumas semanas após sua inserção, pode causar a dissolução da matriz formada por cátions e ânions nas áreas circundantes (YLI-URPO et al., 2019).

Figura 7 - Superfície de uma restauração em ionômero de vidro com trincas devido a proteção contra a umidade ter sido inadequada

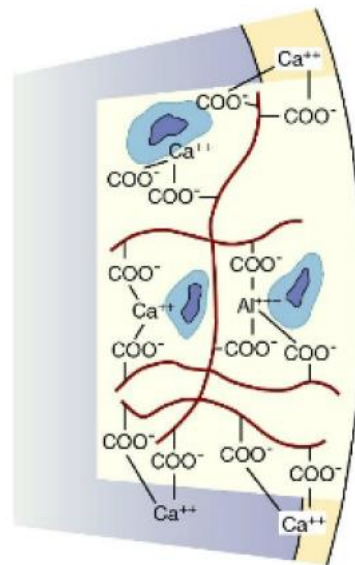


Fonte: Anusavice; Shen; Rawls (2013)

O cimento é o resultado do aglomerado de partículas de pó que não reagiram, imersos em uma matriz de gel de sílica e polissal de cálcio e alumínio (Figura 13). Os elementos do pó conferem a resistência, rigidez e liberação de flúor. O ácido tartárico é responsável por aumentar o tempo de presa, o ácido itacônico é incorporado a fim de retardar a reação química dos ácidos

durante o armazenamento (FOOK et al., 2008). Alguns estudos para melhorar as propriedades mecânicas do cimento testaram a aplicação de um dispositivo ultrassônico e de um de calor direto, os resultados demonstraram uma melhora nas propriedades por estes acelerarem a reação de presa inicial (SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Figura 8 - Em azul escuro são as partículas de vidro não dissolvidas, envoltas pelo gel em azul claro, os íons  $Al^{+3}$  e  $Ca^{+2}$  formam polissais com os grupos  $COO^-$  do ácido poliacrílico, formando uma estrutura de ligações cruzadas



Fonte: Anusavice; Shen; Rawls (2013)

O do tipo anidro possui poliácidos liofilizados agregados ao pó e o líquido água destilada ou solução aquosa de ácido tartárico a 10%. Os cimentos reforçados por metais possuem partículas metálicas incorporadas ao pó do convencional, os *cemets* são resultado da sinterização de partículas de prata e sílica tornando-os radiopacos (FOOK et al., 2008). O modificado por resina sofreu adição de monômeros de metacrilato, principalmente o 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA), possui três formas de reação de presa: a reação ácido-base entre o pó de vidro e o ácido policarboxílico, a reação de polimerização fotoativada dos radicais livres e a polimerização química da resina (FOOK et al., 2008; SPAJIC et al., 2019; WANDERLEY et al., 2011).

### 3.1.4 Características, vantagens e desvantagens do cimento de ionômero convencional e dos modificados

Devido a sua baixa resistência mecânica e solubilidade em meio aquoso, somado aos avanços da tecnologia e pesquisa em materiais, o ionômero de vidro sofreu modificações numa

tentativa de diminuir essas características (MENEZES-SILVA et al., 2019a; SIDHU; NICHOLSON, 2016). As mudanças realizadas no pó são referentes ao aumento da reatividade com o líquido, o resultado foi o surgimento do cimento de ionômero de vidro reforçados por metais, o modificado por resina, o carbômero de vidro e o de alta viscosidade (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013).

Entretanto o ionômero modificado por metais apresentou cor acinzentada sendo pouco estético, além de não melhorar as propriedades mecânicas; o cimento modificado por resina melhorou as propriedades físicas, resistência e longevidade, porém apresentam piora no coeficiente de expansão térmica, contração de polimerização, maior custo, além de a presença de metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA) diminuir a biocompatibilidade (FOOK et al., 2008; SIDHU; NICHOLSON, 2016). A baixa resistência mecânica do ionômero de vidro convencional, somado com a sua versatilidade clínica, faz com que um aumento na resistência e propriedades mecânicas sejam desejáveis (BAIG; FLEMING, 2015).

O *Glass Carbomer* ou carbômero de vidro é semelhante ao ionômero de vidro, com partículas de pó nanométricas e fluorapatita, com a finalidade de reforçar o cimento. Para a reação de presa exige uma fonte de energia por meio de uma fonte de luz de 1400mW/cm<sup>2</sup>, entre 60 a 90 segundos, uma lâmpada de LED indicada pelo fabricante, que acelera a reação de presa, entretanto não influencia nas propriedades mecânicas (LOPES, 2018; MENNE-HAPP; ILIE, 2013). Os de alta viscosidade são caracterizados por maior número de partículas de vidro, em tamanho menor ao convencional, com o intuito de aplicação em cavidades com grande exposição ou esforços mastigatórios (SILVA, 2013).

Dentre as inúmeras vantagens do ionômero de vidro convencional, as principais são que apresenta adesão química aos tecidos dentários e a liberação de flúor. A adesão ocorre por meio dos grupos carboxílicos do ácido que se ligam com o cálcio existente no esmalte, dentina e cimento. Para uma boa adesão deve-se usar a correta proporção pó-líquido, manipulação e inserção. A adesividade diminui a microinfiltração na interface dente-restauração (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FOOK et al., 2008; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

A liberação de flúor promove a ação anticariogênica devido a formação de fluorapatita. O fluoreto de cálcio é incorporado durante a fabricação do vidro, o flúor é liberado pelo material no local onde foi aplicado, inibindo o avanço das lesões cariosas, diminuindo a desmineralização (FOOK et al., 2008; WANDERLEY et al., 2011).

Outras vantagens são o coeficiente de expansão térmica linear semelhante aos tecidos dentários, biocompatibilidade, bom resultado estético, inibição da ação bacteriana e sua facilidade de aplicação e uso clínico (E BAHSI, S SAGMAK; , O CELLIK, 2019). Algumas



desvantagens e limitações do ionômero de vidro convencional são a baixa resistência mecânica, à tração e à compressão, o tempo de presa (geleificação) prolongado, sensibilidade a umidade o que o torna sensível a alterações higroscópicas (sinérese e embebição), translucidez limitada o que interfere na finalidade estética (FOOK et al., 2008).

### 3.1.5 Características e composição elementar dos ionômeros comerciais

O estudo de Nakatani (2013) avaliou a composição química elementar e a superfície externa de três marcas de cimento de ionômero convencional, sendo Maxxion R, Vitro Fil e Vidrion. A análise química elementar foi realizada por meio da espectroscopia de dispersão de raios-X (EDX) e a superfície externa por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

De acordo com cada fabricante, as composições são: Maxxion R - pó com vidro de aluminofluorsilicato, ácido policarboxílico e fluoreto de cálcio, líquido contendo ácido tartárico e água; VitroFil - pó contém silicato de estrôncio e alumínio, ácido poliacrílico desidratado, óxido de ferro e o líquido com ácido poliacrílico, água destilada e ácido tartárico; Vidrion R - pó contendo fluorsilicato de sódio cálcio alumínio, sulfato de bário, ácido poliacrílico, pigmentos, o líquido contém ácido tartárico e água destilada.

Os resultados da análise do EDX, os cimentos apresentaram 5,11%p de flúor no Maxxion R, 7,43% no VitroFil e 3,83%p no Vidrion. Nas microfotografias obtidas pela MEV notou-se uma superfície irregular, com partículas de formas e tamanhos similares. Dessa forma, dos componentes descritos pelos fabricantes, em sua maioria, correspondeu ao encontrado nas análises (NAKATANI, 2013).

### 3.1.6 Ionômero de vidro reforçados por fibras, cristais, polímeros

O ionômero de vidro sofreu modificações ao longo do tempo para melhorar as suas aplicações clínicas, suas propriedades, manipulação, eficácia e longevidade (BAIG; FLEMING, 2015; SPAJIC et al., 2019; WANDERLEY et al., 2019). As modificações quanto a matriz do ionômero levou a adição de partículas como o intuito de reforçá-lo (BAIG; FLEMING, 2015).

Alguns foram a incorporação de fibras (KOBAYASHI et al., 2000; LOHBAUER et al., 2003; MENEZES-SILVA et al., 2015; OLDFIELD; ELLIS, 1991; SILVA et al., 2013), nanocristais (MENEZES-SILVA et al., 2019a, 2016; MENEZES-SILVA; PEREIRA; SANTOS, 2017), partículas metálicas (DOWLING; SCHMITT; FLEMING, 2014; ELSAKA;

HAMOUDA; SWAIN, 2011; WALLS et al., 1987), teobromina (CEVALLOS GONZÁLEZ et al., 2019), hidroxiapatita (LUCAS; ARITA; NISHINO, 2003; MOHEET et al., 2018) e partículas de vidro bioativo (YLI-URPO et al., 2019).

Um dos tipos de fibra adicionados foram as fibras de carbono. Um dos estudos fez adição de fibras de carbono, de 250 a 100  $\mu\text{m}$  de comprimento e 8  $\mu\text{m}$  de diâmetro, e fibras de alumina, de 500  $\mu\text{m}$  de comprimento e 3  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Foram adicionadas aos pós dos ionômeros antes da manipulação, manipulados e inseridos em um molde de 4,5 mm de diâmetro. Os corpos de prova foram levados a testes de flexão, que apresentaram resultados de melhora na adição de 5% de fibra de carbono, entretanto a adição de alumina apresentou piora nas propriedades mecânicas (OLDFIELD; ELLIS, 1991).

Outro tipo de fibra testado foi a adição de fibras vidro curtas ( $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), de diversos comprimentos e diâmetros, sendo 33,5 a 100,4  $\mu\text{m}$  e 9,7 a 21,5  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Adicionou-se ao pó de um cimento de mistura manual, variando o volume de adição a cada 20%. Os corpos de prova foram submetidos aos testes de resistência à tração diametral (discos de 6mm diâmetro e 3 mm de espessura) e teste de resistência à flexão (barras de 25 mm de comprimento, 6 mm de largura e 3 mm de espessura). A adição de até 60% do peso melhorou os resultados de ambos os testes, adição acima de 60% apresentou piora nos resultados (KOBAYASHI et al., 2000).

Foram testadas a adição de fibras de vidro  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-NaF-AlF}_3\text{-Na}_3\text{AlF}_6$ , nos tamanhos de 580 a 160  $\mu\text{m}$  de comprimento e 26  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Para o teste de resistência à fratura por compressão foram confeccionados corpos de prova de 6mm de altura e 4 mm de diâmetro, variando a adição das partículas entre 40 a 45% do peso do ácido. Para o ensaio de resistência à flexão prepararam corpos de prova em barra medindo 25mm de comprimento, 2 mm de largura e 2mm de espessura. Observou-se um aumento nos resultados de resistência a flexão (16 MPa) quando comparado ao cimento não reforçado (10 Mpa) (LOHBAUER et al., 2003).

Outro estudo analisou a adição de nanopartículas de dióxido de titânio em pó ao líquido do ácido poliacrílico de peso molecular de 40.000, na concentração de 40%, misturou-se ao pó de cimento de duas marcas, para a confecção dos corpos de prova (6mm de altura, 4 mm de diâmetro). Os teste de resistência a compressão indicaram que não houve alteração significativa dos valores de resistência (DOWLING; SCHMITT; FLEMING, 2014).

Em outro estudo, a adição de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  ao pó do cimento para avaliar a tenacidade à fratura, resistência à compressão, resistência à flexão, resistência à adesão e microdureza. Os resultados apontaram que a adição das nanopartículas melhorou a tenacidade

à fratura, a resistência à flexão e a compressão. Apresentou piora na microdureza da superfície (ELSAKA; HAMOUDA; SWAIN, 2011).

Após a adição de partículas de prata ao pó de vidro do cimento houve melhora em algumas propriedades como aumento da resistência a compressão, o limite de fadiga à compressão e a resistência a abrasão. Apresentou um tempo de presa inicial mais rápido, quando comparado ao cimento sem modificação. Entretanto apresentou menor módulo de elasticidade e resistência a flexão (WALLS et al., 1987).

O uso de teobromina no cimento de ionômero buscou melhorar a sua microdureza, sorção, solubilidade, alteração de cor e liberação de flúor na saliva. Ao ser comparado com o ionômero não modificado, melhorou a microdureza ( $p < 0,05$ ), as outras propriedades, sorção, solubilidade, cor e liberação de flúor permaneceram sem mudança significativa ( $p > 0,05$ ) (CEVALLOS GONZÁLEZ et al., 2019).

A incorporação de hidroxiapatita no cimento foi avaliada por Lucas, Arita e Nishino (2003). Analisou a melhora da tenacidade à fratura e resistência ao cisalhamento. Os resultados apontaram que após a adição melhora na tenacidade a fratura, aumentando após 15 minutos. Apresentou melhora na resistência adesiva à dentina. Os resultados da MEV mostraram um cimento coeso. Assim, o cimento reforçado com hidroxiapatita apresenta bom prognóstico clínico (LUCAS; ARITA; NISHINO, 2003).

Moheet *et al.* (2018) analisou a adição de nano-hidroxiapatita-sílica ao ionômero de vidro. Os ensaios avaliaram a dureza superficial, resistência à compressão, resistência à flexão e ao cisalhamento. Os resultados da MEV apontaram uma mistura de partículas de sílica esférica (50 nm) e hidroxiapatita alongadas (100 e 200 nm). Após a adição de 10% de nano-hidroxiapatita-sílica a dureza, resistência à compressão, resistência à flexão e resistência ao cisalhamento apresentaram melhora. De uma forma geral, a adição da nano-hidroxiapatita-sílica melhorou as propriedades mecânicas do ionômero de vidro (MOHEET et al., 2018).

A adição de partículas de vidro bioativo ao ionômero de vidro avaliou a melhoria das propriedades de resistência à compressão e o módulo de elasticidade de Young. No pó do cimento adicionou-se de 10 a 30% em peso das partículas de vidro bioativo. A resistência a compressão diminuiu conforme aumentava a porcentagem de vidro bioativo adicionado. A microdureza superficial aumentou 55% nos cimentos modificados comparados aos não modificados (YLI-URPO et al., 2019).

### 3.1.7 Ionômero de vidro reforçados por nanofibrilas e nanocristais de celulose

Em seus diversos estudos, Menezes-Silva *et al* (2013, 2015, 2016, 2018, 2019) adicionou nanofibrilas e nanocristais de celulose, com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas do cimento (MENEZES-SILVA *et al.*, 2016). A característica hidrofílica da celulose permite com que esta se incorpore ao cimento. A forma das nanofibrilas de celulose facilita a dispersão de forma homogênea no líquido e a sua distribuição no cimento. Nos resultados da MEV observou-se um agregado fibrilar de nanopartículas na matriz do cimento. A associação entre as nanofibrilas de celulose permite a formação dessa estrutura que fornece aumento da resistência (SILVA *et al.*, 2013; SILVA, 2013).

Em um dos estudos avaliou as propriedades mecânicas após a adição de microfibras e nanofibrilas de celulose no ionômero de vidro. A adição ocorreu durante a manipulação do cimento. Os corpos de prova do ensaio de resistência à compressão e à tração foram confeccionados em moldes de teflon, medindo 4 mm de diâmetro e 8 mm de comprimento, com um grupo controle que não foi modificado. Os resultados apontaram melhora significativa nas propriedades mecânicas. As análises de MEV e do FTIR apresentaram a interação entre as fibras, a matriz do ionômero e as partículas de carga (SILVA *et al.*, 2013; SILVA, 2013).

Outro estudo avaliou o cimento modificado por fibras de celulose. Dividiu-se em dois grupos, sendo um controle, outro com a adição de 3,62 % em peso de fibras, e outro com 7,24 % em peso de fibras. Os resultados mostraram que o testes de resistência a compressão, módulo de elasticidade, tração diametral, no grupo com adição de 7,24%. A caracterização por microscopia eletrônica de varredura (SEM) e por difratometria de raios X por energia dispersiva (EDS) mostraram partículas com forma homogênea na superfície do cimento, a matriz com fibras entrelaçadas e intercaladas. Nos espectros do EDS observou-se composições elementares dos elementos que compõem o cimento (MENEZES-SILVA *et al.*, 2015).

Outro avaliou a adição de nanofibrilas e nanocristais de celulose. As diferentes proporções de cada um foram adicionadas ao cimento enquanto este era manipulado manualmente. Os testes para avaliar as propriedades mecânicas foram a resistência à tração diametral compressiva, módulo, microdureza superficial e resistência ao desgaste. Foram caracterizados pela e caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS), microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e FTIR. A adição de nanofibrilas não apresentou melhoras significativas nas propriedades mecânicas, porém a adição de nanocristais mostrou melhoras significativas nas propriedades mecânicas (MENEZES-SILVA *et al.*, 2016).

O mesmo autor, em outro estudo, avaliou quanto a biocompatibilidade do cimento após a adição de microfibras e nanocristais de celulose. As amostras foram preparadas, uma contendo

adição de nanocristais outra de microfibras no ionômero de vidro. Foram implantadas no tecido subcutâneo na região dorsal de 15 ratos (*Rattus norvegicus albinus*). Os aspectos avaliados histologicamente foram o tipo de células inflamatórias, fibroblastos, vasos sanguíneos, macrófagos, células gigantes, tipo de reação inflamatória e espessura da cápsula ( $\mu\text{m}$ ). O melhor reparo tecidual foi observado no cimento modificado por nanocristais, ao apresentar maior quantidade de fibroblastos, menor quantidade de macrófagos e células mononucleares, ausência de neutrófilos polimorfonucleares e de células gigantes. Todos apresentaram biocompatibilidade satisfatória, mas o com adição de nanocristais apresentou melhor reparo tecidual (MENEZES-SILVA; PEREIRA; SANTOS, 2017).

O seu estudo mais recente avaliou as propriedades mecânicas e caracterizou o ionômero de vidro modificado por nanocristais de celulose. Os testes mecânicos avaliaram a resistência à compressão e resistência a tração diametral. Além de avaliar a liberação de flúor, caracterizou-se por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e por microscopia eletrônica de varredura (SEM), enquanto a caracterização química foi por FTIR. A adição de 0,2% de peso de nanocristais apresentou os melhores resultados nas propriedades mecânicas. A TEM e MEV mostraram um agregado fibrilar de nanopartículas intercaladas na matriz. Não foi possível identificar por FTIR qualquer diferença de ligação química nos compostos formados (MENEZES-SILVA et al., 2019a).

### 3.2 Celulose: uma fonte renovável

No século XXI a sociedade voltou-se para a conservação ambiental devido ao crescente impacto das mudanças climáticas, conseqüentemente aumentou a busca por materiais de fonte renováveis (DUFRESNE, 2013; PHANTHONG et al., 2018). Materiais à base de petróleo possuem a sua disponibilidade limitada, além de não serem biodegradáveis nem ecológicos (JOHANSSON et al., 2012). Esse fator, somado a necessidade de utilizar materiais naturais e de fontes renováveis, aumentou a demanda por produtos que não sejam à base de petróleo. Neste cenário surge o uso e aplicações de biomassas como fonte renovável (DUFRESNE, 2013).

Biomassa refere-se a qualquer forma de matéria orgânica encontrada na Terra, sendo plantas, animais e micro-organismos. No aspecto da bioquímica são a celulose, a lignina, os açúcares, as gorduras e as proteínas (DUFRESNE, 2013; HOUGHTON; HOLE, 2008; KANTENBACHER, 2010; OTHMAN et al., 2017). Algumas das diversas biomassas que são

fontes de celulose são madeira, fibras, sementes, algas, algumas bactérias (PHANTHONG et al., 2018).

É o polímero natural mais abundante da Terra (DUFRESNE, 2013; OTHMAN et al., 2017; SALAS et al., 2014; SHAK; PANG; MAH, 2018; SHANKARAN, 2018). É promissora nas pesquisas e na engenharia, possuindo diversas aplicações e inúmeras vantagens (DUFRESNE, 2013; SHAK; PANG; MAH, 2018). Mesmo com seus diversos usos desde os primórdios da humanidade, somado ao fato de ser o polímero natural mais abundante e disponível na natureza, apenas recentemente houve um destaque para o seu uso como material nanoestruturado: a nanocelulose (DUFRESNE, 2013).

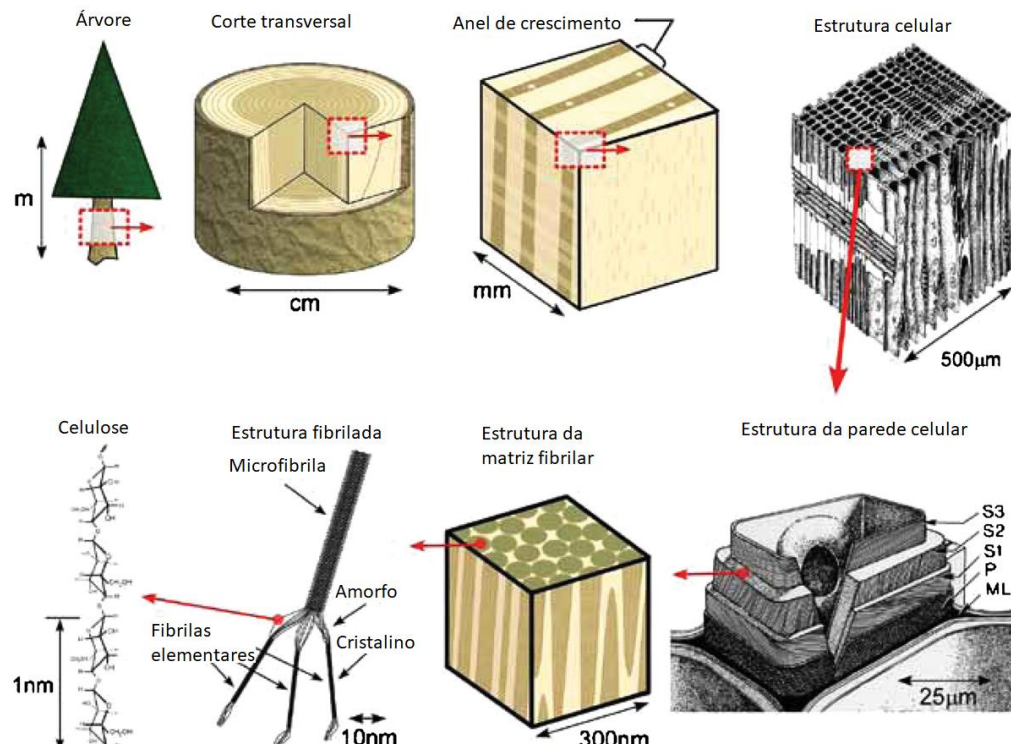
Desde a década de 90, em materiais ecossustentáveis atraiu a atenção para materiais considerados “verdes”, isto é que sejam de fontes renováveis, não poluentes e de fácil acesso (DUFRESNE, 2013). Assim de os materiais que são recursos de base biológica, possuem alto potencial de melhorar os produtos existentes, agregar valor a estes, além de baixo impacto sobre o meio ambiente (MISHRA; SABU; TIWARI, 2018; SHAK; PANG; MAH, 2018).

A soma desses fatores, juntamente com os avanços na nanotecnologia, em especial dos nanomateriais, proporciona o surgimento, aprimoramento e avanço na produção de nanocelulose (HALIB et al., 2017; SHANKARAN, 2018). Devido a disponibilidade de recursos vegetais, os extratos vegetais são uma das categorias mais visadas na pesquisa para a síntese de nanomateriais ecológicos (LOOW et al., 2017; SHAK; PANG; MAH, 2018).

### 3.2.1 Fontes de celulose e sua estrutura

A celulose possui diversas fontes, algumas delas são madeira, fibras, gramíneas, sementes, algas, fungos, alguns invertebrados e algumas bactérias (PHANTHONG et al., 2018). A fonte convencional é de planta superior, podendo provir de resíduos agrícolas, como troncos de palmeiras, cachos de frutas, espigas de milho, palha de trigo, bagaço de cana, entre outros (HALIB et al., 2017; PHANTHONG et al., 2018). A sua estrutura hierárquica permite que de um biocompósito celular macroscópico, no exemplo genérico uma árvore, composta de celulose, hemicelulose, lignina, extrativos, entre outros, seja obtida em nanoescala a nanocelulose (Figura 1) (POSTEK et al., 2011).

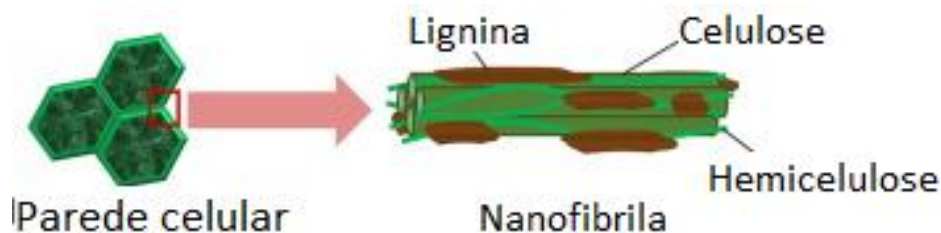
Figura 9- Estrutura hierárquica da madeira da árvore até a obtenção de celulose.



Fonte: POSTEK *et al* (2011)

As plantas possuem níveis hierárquicos celulares, assim como os tecidos que compõem o corpo humano, são compostos de celulose, hemicelulose, lignina, cera, pigmento, pectina, extrativos. Madeira e outros materiais lignocelulósicos são nanocompósitos fibrilares celulósicos. O conceito de nanocompósitos são materiais multifásicos em que pelo menos uma das fases constituintes tem uma dimensão <100 nm (PHANTHONG *et al.*, 2018; POSTEK *et al.*, 2011; SHAK; PANG; MAH, 2018).

Figura 10 - Estrutura principal da parede celular da planta na biomassa lignocelulósicas, composta por lignina, hemicelulose e celulose.



Fonte: adaptado de Phanthong *et al.* (2018)

A estrutura da parede celular lignocelulósica é constituída por três tipos de polímeros: lignina, hemicelulose e celulose. A composição e proporção desses três componentes variam nas espécies, tipos e fontes de biomassa lignocelulósicas. Assim, a lignina representa cerca de 10 a 25% de biomassa seca. Nas paredes celulares das plantas (Figura 2) a lignina é aglutinante e está redor da celulose e hemicelulose. A hemicelulose representa cerca de 20 a 35% na biomassa lignocelulósicas. A celulose é o principal componente da biomassa lignocelulósicas localizado principalmente na parede celular da planta em cerca de 35-50%, fornece resistência e proteção (LEE et al., 2014; PHANTHONG et al., 2018).

### 3.2.2 Tipos de nanocelulose

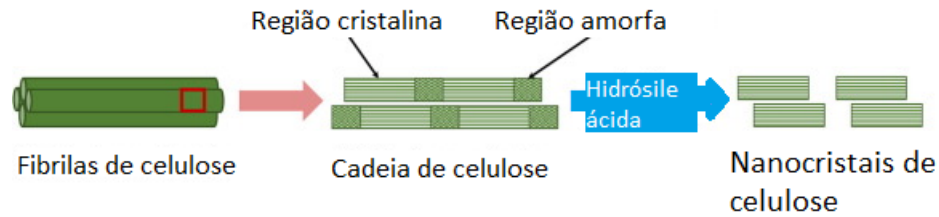
Nanocelulose é uma fibra natural extraída da celulose. O seu tamanho é menor que 100 nm de diâmetro, podendo variar em micrômetros de comprimento. É uma nanofibra biodegradável, peso leve, baixa densidade (1,6 g cm<sup>-3</sup>), com propriedades de resistência, alta rigidez, módulo de elasticidade (até 220 GPa), alta resistência à tração (até 10 GPa) (BHAT et al., 2019; PHANTHONG et al., 2018). É transparente, a sua reatividade deve-se aos grupos hidroxila.

Divide-se em três tipos principais: nanocristais de celulose (CNC, *cellulose nanocrystals*), nanofibrilas de celulose (CmF, *cellulose microfibrils*) nanocelulose bacteriana (BC, *bacterial nanocellulose*). (BHAT et al., 2019; LIN; DUFRESNE, 2014; LIN; HUANG; DUFRESNE, 2012). Mesmo os tipos sendo semelhantes em composição química, as suas diferenças são a morfologia, tamanho de partícula, cristalinidade e algumas propriedades. Isto deve-se a diferença de fontes e métodos de extração (PHANTHONG et al., 2018; SHAK; PANG; MAH, 2018).

Quanto as nomenclaturas na literatura encontram-se alguns sinônimos. Para os nanocristais de celulose encontram-se os termos celulose nanocristalina, *whiskers*, microcristais. Já para as nanofibrilas de celulose nota-se o uso dos termos nanofibrilas, microfibrilas, celulose nanofibrilada, celulose microfibrilada (BHAT et al., 2019; LIN; DUFRESNE, 2014).



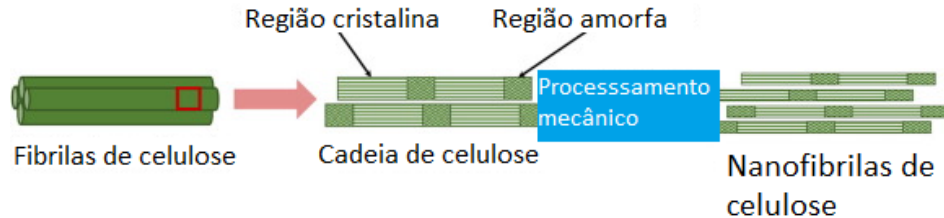
Figura 11 - Nanocristais de celulose extraídos a partir de fibrilas de celulose após hidrólise ácida



Fonte: adaptado de Phanthong et al. (2018)

Nanocristais de celulose (Figura 3) são extraídos a partir de fibrilas de celulose por hidrólise ácida, apresentam alta resistência. O seu formato é de bastão ou agulha, tendo entre 2 e 20 nm de diâmetro e 100 a 500 nm de comprimento (LIN; DUFRESNE, 2014; OTHMAN et al., 2017). Possui a composição química da celulose cristalina, o que lhe confere alta cristalinidade, uma vez que as partes amorfas são removidas durante a hidrólise ácida, permanecendo as partes cristalinas (PHANTHONG et al., 2018).

Figura 12 - Nanofibrilas de celulose obtidos a partir de fibrilas de celulose após processamento mecânico



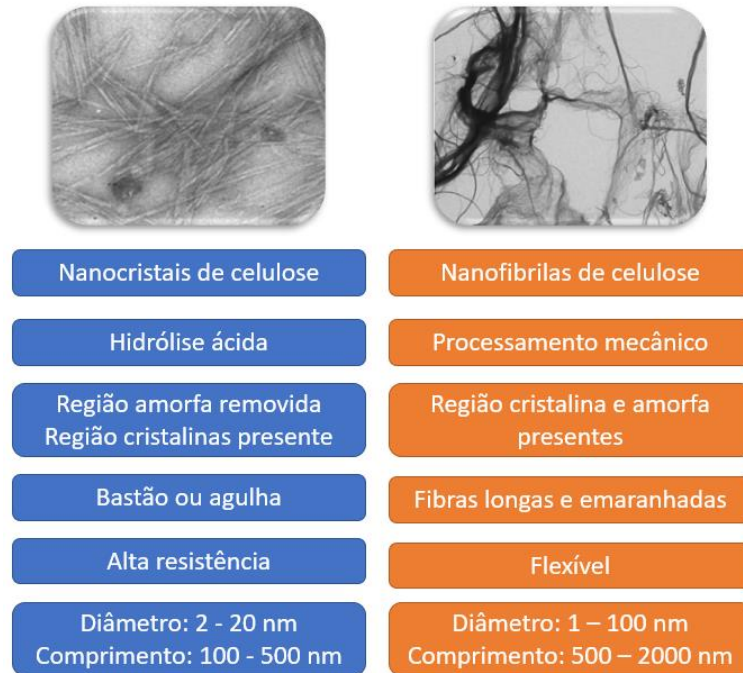
Fonte: adaptado de Phanthong et al. (2018)

Nanofibrilas ou microfibrilas (Figura 4) é a nanocelulose longa, flexível e emaranhada que é extraída das fibrilas de celulose por métodos mecânicos. A sua forma é de fibrilas longas, com 1 a 100 nm de diâmetro e 500 a 2000 nm de comprimento. Contém na sua estrutura a composição química da celulose com as regiões cristalina e amorfa (ABDUL KHALIL et al., 2016; BHAT et al., 2019). Em relação à celulose nanofibrilada tem o comprimento mais longo, alta área de superfície e grande quantidade de grupos hidroxila, o que lhe permite modificar a sua superfície (PHANTHONG et al., 2018).

A nanocelulose bacteriana difere da nanocristalina e nanofibrilada uma vez que estas são extraídas da biomassa lignocelulósicas. A nanocelulose bacteriana é produzida a partir da acumulação de baixo peso molecular de açúcares por bactérias específicas por alguns dias até duas semanas (OTHMAN et al., 2017). A celulose bacteriana é excretada de forma extracelular

por bactérias pertencentes aos gêneros *Acetobacter*, *Agrobacterium*, *Alcaligenes*, *Pseudomonas*, *Rhizobium* e *Sarcina* (HALIB et al., 2017). A nanocelulose bacteriana possui as mesmas composições químicas que outros dois tipos de nanoceluloses. É na forma de fitas torcidas com diâmetros médios de 20 a 100 nm (PHANTHONG et al., 2018).

Figura 13 - Resumo comparativo entre os nanocristais e nanofibrilas de celulose



Fonte: adaptado de Phanthong et al. (2018)

Comparando-se o CNC à CmF (Figura 5), encontram-se diferenças geradas pelos métodos de obtenção, a hidrólise ácida das fibrilas de celulose, remove a porção amorfa, resultado em bastões cristalinos. O processamento mecânico fornece fibras alongadas, com porção cristalina e amorfa. Além disso a NFC possui alta relação de aspecto (comprimento para diâmetro), alta área superficial e alto número de grupos hidroxila, facilmente acessíveis para modificação da superfície (PHANTHONG et al., 2018).

### 3.2.3 Vantagens e aplicações da nanocelulose

As vantagens da nanocelulose residem nas suas propriedades, dentre elas as propriedades mecânicas, um vez que são usados para aumentar a resistência de diversos materiais (KARGARZADEH et al., 2017; LEE et al., 2014; PHANTHONG et al., 2018). Possui alta biocompatibilidade, biodegradabilidade, baixo custo, de fácil disponibilidade e não é tóxica (HALIB et al., 2017; SHAK; PANG; MAH, 2018).

Outras vantagens são a alta área de superfície e devido a sua estrutura possuir grupos hidroxila que permitem interação com outros materiais (PHANTHONG et al., 2018). Do ponto de vista ecológico pode ser extraída de resíduos agrícolas, culturas energéticas e resíduos florestais (ABDUL KHALIL et al., 2016; SHAK; PANG; MAH, 2018).

Algumas das aplicações da nanocelulose são como agentes de reforços de compósitos, filmes antimicrobianos, filmes transparentes, implantes biomédicos, produtos farmacêuticos, carreadores de fármacos, fibras e têxteis, componentes eletrônicos, baterias e supercapacitores (HALIB et al., 2017; PHANTHONG et al., 2018; SHAK; PANG; MAH, 2018; SHANKARAN, 2018).

## **4 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS**

### **4.1 DESENHO DE ESTUDO**

Trata-se de um estudo experimental laboratorial, quantitativo e qualitativo. Foi desenvolvido no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), que fica localizado no Centro de Tecnologia Professor Harlan Julu Guerra Marcelice (CTHM), situado no Instituto Federal de Tecnologia do Amazonas – IFAM, Campus Manaus Distrito Industrial (CMDI).

### **4.2 MATERIAIS**

#### **4.2.1 Ionômero de vidro restaurador**

Utilizou-se uma marca de ionômero de vidro para restauração encontrada facilmente no mercado o Maxxion R (FGM, Joinville - SC, Brasil). A apresentação comercial do mesmo é uma caixa contendo 1 frasco de pó de 10g, 1 frasco de líquido de 8g, 1 colher dosadora, 1 bula, 1 bloco de papel para espatulação.

De acordo com o fabricante a composição do pó é de ionômero de vidro micronizado e ingredientes inativos: pigmentos (óxidos de ferro), cargas (sílica e zircônia) e fluoreto de potássio. O líquido possui como princípio ativo ácido poliacrílico e ácido tartárico, o ingrediente inativo é a água deionizada.

#### 4.2.2 Nanocristais de celulose

Os nanocristais foram doados pela University of Maine (Process Development Center, Orono, ME, Estados Unidos). São obtidos por métodos padronizados e em escala industrial. As especificações técnicas são CAS Number: 9004-34-6, 4% de concentração em um gel aquoso, dimensões dos nanocristais de 5-20 nm de largura e 150-200 nm comprimento, hidrofílica, densidade de 1g/cm<sup>3</sup>,

#### 4.1.3 Matriz bipartida

Para os testes mecânicos adquiriam-se 2 matrizes (figura 14). De acordo com a norma de cada ensaio definiu-se a matriz de 4mm x 6mm para o ensaio de resistência a compressão (ABNT NBR ISO 9917-1:2019) e a de 4mm x 8mm (ABNT NBR 7222:2011) para a resistência à tração por compressão diametral.

Figura 14 Matriz bipartida de aço



Fonte: ODEME Dental Research. Disponível em:

[https://www.odeme.com.br/produtos\\_selecionado.php?id\\_produto=76](https://www.odeme.com.br/produtos_selecionado.php?id_produto=76).

#### 4.2.4 Materiais de moldagem

A medida do pó foi realizada com a colher dosadora fornecida pelo fabricante. Utilizou-se placa de vidro grossa e espátula flexível nº 24 para a manipulação do material, utilizaram-se calcadores de amálgama para compactação do material na matriz e tiras de poliéster. Para manter pressionado o material durante a reação de geleificação utilizaram-se pesos de 400g (figura 15).

Outros materiais utilizados foram paquímetro digital para conferir os CPs, estufa com controle de temperatura, *epedorffs* com vaselina líquida para armazenamentos dos CPs, termômetro, álcool 70° e papel toalha para limpar os materiais.

Figura 15 Bancada com material para moldagem dos corpos de prova



Fonte: autor

#### 4.3 Divisão dos grupos dos corpos de prova

Foram confeccionados 10 corpos de prova (CP) de cada grupo (n=10). Foram divididos em 4 grupos, sendo 1 controle e 3 grupos com adição de nanocristais. A legenda usada para nomear os grupos foi: GC – grupo controle e nos outros 3 as porcentagens em peso da adição de nanocristais (0,2%, 0,4%, 0,6%) de acordo com a tabela abaixo:

Tabela 2 - Nomenclatura do grupo controle e os grupos com adição de nanocristais

Marca	Porcentagem em peso de nanocristais	Nome do Grupo	n
Maxxion R	0,0%	GC	10
	0,6%	0,6	10
	0,4%	0,4	10
	0,2%	0,2	10

Fonte: autor

#### 4.4 Incorporação de nanocristais de celulose ao de ionômero de vidro

Os CNC são armazenados em um gel aquoso. Para a adição dos CNC inicialmente definiu-se o peso da massa seca de CNC. Para poder evaporar o componente aquoso levou-se ao evaporador centrífugo *Speed-vac*, no Centro de Estudos do Instituto Leônidas & Maria Deane (ILMD/Fiocruz Amazônia).

No evaporador colocaram-se 3 *ependorfs* abertos contendo 1 ml cada do gel com CNC a 37°C, por 15 minutos, até a total evaporação do veículo aquoso. Com as 3 medidas calculou-se uma média de 0,87 g de CNC em 1 ml do gel aquoso que contém os CNC.

Com base nessa medida pesou-se em balança de precisão e foi adicionado, respectivamente, 0,2%, 0,4% e 0,6% de CNC em relação à massa total do ionômero de vidro. Os nanocristais de celulose foram adicionados ao líquido do ionômero de vidro, levados a manta aquecedora com bastão magnético de teflon por 5 minutos para a homogeneização (figura 16).

Figura 16 Manta aquecedora com o líquido e barra magnética de teflon agitando o líquido



Fonte: autor

#### 4.5 Preparação das amostras e confecção dos corpos de prova

Para o ensaio de resistência à compressão ( $n=10$ ) os corpos de prova foram confeccionados em um molde bipartido de aço com 6mm de altura e 4mm de diâmetro (figura 14), conforme a norma ABNT NBR ISO 9917-1:2019. Para os testes de resistência à tração diametral ( $n=10$ ) usou-se um molde bipartido de aço (6mm de altura e 8 mm de diâmetro) de acordo com a norma ABNT NBR 7222:2011.

#### 4.6 Estudo piloto para definição dos parâmetros

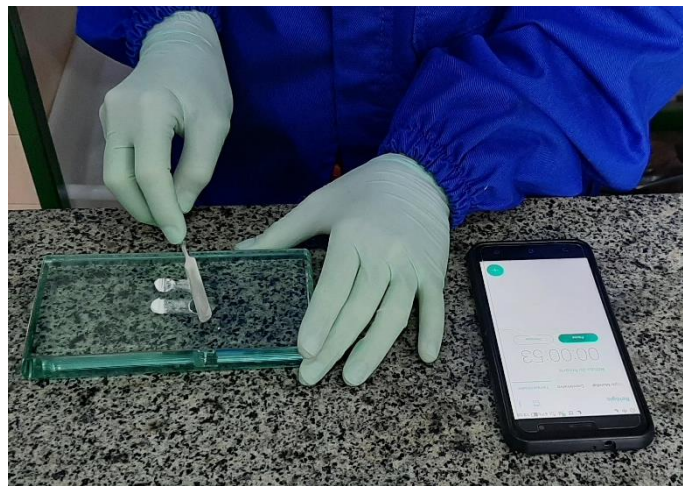
Realizou-se um estudo piloto para definir as melhores condições para moldagem. As variáveis testadas foram: (1) o tempo para retirar os corpos de prova do molde, (2) o veículo em que foram armazenados após a remoção (água destilada ou vaselina líquida), (3) a temperatura e (4) umidade da câmara de armazenamento, (5) a quantidade de material inserido no molde, (6) o instrumento para inserção (seringa *centrix* ou espátula de inserção e calcadores). Com base no estudo piloto definiram-se os parâmetros a serem utilizados.



#### 4.7 Parâmetros e método de moldagem

O mesmo operador treinado realizou a confecção de todos os corpos de prova (figura 18) Seguiu-se a proporção do fabricante na relação de 1:1 líquido:pó. Utilizou-se para a resistência à compressão 2 porções de pó e 2 de líquido, para a compressão diametral 3 porções de cada. Manipulou-se em placa de vidro com espátula flexível nº 24. Respeitou-se o tempo de manipulação de 1 minuto (figura 17). Manipulou-se em ambiente com temperatura de 23 °C.

Figura 17 - Manipulação do ionômero de vidro com espátula nº 24 e cronômetro



Fonte: autor

Figura 18 Operador treinado manipulando o ionômero



Fonte: autor

Abaixo do molde colocou-se uma placa de vidro e uma tira de poliéster. A inserção no molde foi com uma espátula de inserção e calcadores de amálgama para evitar bolhas (Figura 19).

Figura 19 Inserção na matriz com auxílio de calcadores



Fonte: autor

Colocava-se outra placa de vidro. O conjunto era pressionado para extravasar o excesso de material e colocado um peso de 400g sobre para evitar a formação de bolhas de ar durante o endurecimento (figura 20).

Figura 20 Conjunto matriz, placas de vidro, tiras de poliéster e pesos prontos para serem levados a estufa



Fonte: autor

O conjunto foi armazenado a 37 °C e umidade de no mínimo 30% por 1 hora em uma estufa. Após isso foram removidos dos moldes, retirava-se o excesso de material (figura 21), realizavam-se os acabamentos para serem medidos (figura 22). Caso não tivessem o tamanho ideal eram descartados.



Figura 21 Corpos de prova após 1h sem os acabamentos



Fonte: autor

Figura 22 Paquímetro digital medindo um corpo de prova



Fonte: autor

Depois eram armazenados em *ependorff* contendo 1ml de vaselina líquida a 37 °C por 23h, na mesma estufa utilizada previamente (figura 23), para então realizar os testes mecânicos.

Figura 23 Estufa com o higrômetro e os *ependorffs* contendo os corpos de prova

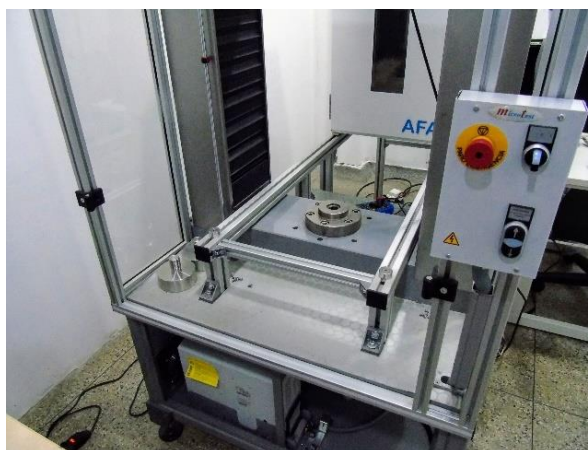


Fonte: autor

#### 4.8 Ensaaios mecânicos

Os testes mecânicos de resistência à compressão e à tração diametral foram realizados em uma prensa mecânica (Figura 24) marca MicroTest modelo EM2/200/FR, a qual possui capacidade de 200 kN, pertence ao Laboratório de Ensaios de Tração e Compressão do Instituto Federal do Amazonas (IFAM), Campus Manaus Distrito Industrial (CMDI), no Centro de Tecnologia Professor Harlan J. G. Marcelice (CTHM).

Figura 24 Prensa mecânica MicroTest, modelo EM2/200/FR (capacidade total de 200 kN)



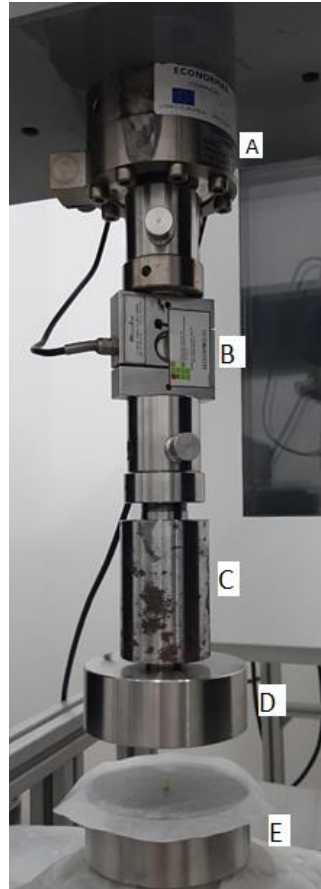
Fonte: autor

Os parâmetros do ensaio seguiram as normas previamente citadas. Para o ensaio de resistência à compressão definiu-se sensibilidade de fratura de 20%, velocidade de aproximação de 100 mm/min, pré-carga de 0,005 kN, velocidade da pré-carga de 0,75 mm/min, velocidade do ensaio de 0,75 mm/min, máxima deformação de 2mm e força máxima de 3 kN.

Os mesmos parâmetros foram utilizados no ensaio de resistência à tração por compressão diametral, modificou-se apenas a velocidade do ensaio para 0,5 mm/min. Os resultados foram usados para avaliar as melhoras das propriedades mecânicas, dos grupos com adição de nanocristais, quando comparados aos grupos controles.

A viabilização do ensaio foi graças a estrutura para adaptação da prensa. A configuração utilizada consistia em: dispositivo de carga de 200 kN que estava desativado (figura 25-A), servindo apenas para acoplar o dispositivo de carga de 3 kN (figura 25-B), um dispositivo para aproximação das plataformas (figura 25-C), plataforma superior e inferior (figura 25-D e E).

Figura 25 Dispositivos utilizados na adaptação da prensa mecânica para os ensaios mecânicos



Fonte: autor

#### 4.8.1 Resistência à compressão:

Os corpos de prova (n=10) foram testados até a fratura ocorrer. Os resultados foram tabulados e os dados utilizados para análise estatística, além da elaboração do gráfico tensão-deformação para comparação dos resultados.

De acordo com a equação:

$$\text{Resistência à compressão} = \frac{4F}{\pi d^2} \text{ MPa}$$

Onde:  $F$  = carga na fratura e  $d$  = diâmetro.

#### 4.8.2 Módulo de elasticidade

Calculou-se com base nos resultados do teste de resistência à compressão pela equação:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{(P/A)}{(\Delta l/l_0)} MPa$$

Onde:  $E$  = módulo de elasticidade,  $P$  = carga,  $A$  = área transversal,  $\Delta l$  = aumento de comprimento e  $l_0$  = comprimento inicial.

#### 4.8.3 Resistência à tração diametral:

Os corpos de prova (n=10) foram submetidos ao ensaio. Os dados obtidos foram tabulados e os dados usados na análise estatística. Conforme a equação:

$$\text{Resistência à tração diametral} = \frac{2F}{\pi dl} MPa$$

Onde:  $F$  = carga na fratura,  $d$  = diâmetro e  $l$  = comprimento.

#### 4.8.4 Processamento dos dados obtidos nos testes de resistência mecânica

Os resultados de ambos os testes foram obtidos por meio de computador acoplado à prensa. Foram tratados e plotados no *software* Origin 2018 versão 8.0 (OriginLab Corporation). Obtiveram-se os gráficos tensão X deformação.

Os dados coletados nos ensaios mecânicos foram analisados quantitativamente e submetidos a testes estatísticos para avaliar a significância por meio *software* Excel versão 2016 (Microsoft Office) e do Past versão 4.03 (Natural History Museum, University of Oslo). Realizou-se a análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey, ao nível de significância de 5%, para verificar diferenças estatisticamente significativas entre os fatores analisados e entre os grupos. Obteve-se de um gráfico comparativos entre as médias.

## 4.9 Técnicas de caracterização

### 4.9.1 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR):

Foi realizado no Espectrofotômetro de Infravermelho, da marca Shimadzu – modelo IR Prestige 21, do Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), do Instituto Federal do Amazonas, Campus Distrito Industrial Manaus (IFAM – CMDI). A análise foi efetuada por absorvância, com uma velocidade de 0,2 cm/s, resolução de 4 cm<sup>-1</sup>, nos intervalos entre 4000 e 400 cm<sup>-1</sup>, obtidos com 32 varreduras.

Os resultados foram analisados para identificar a estrutura química molecular dos compósitos formados, a fim de identificar as bandas características do ionômero, comparando se houve mudança significativa entre o grupo controle e os modificados. Os dados obtidos foram plotados no software Origin 2018 versão 8.0 (OriginLab Corporation).

### 4.9.2 Difractometria de Raios X (DRX)

Foram analisadas as amostras a fim de identificar as fases cristalinas, definir os estados amorfos e cristalinos. Foi realizado no difratômetro Bruker D2 Phaser do Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), do Instituto Federal do Amazonas, Campus Distrito Industrial Manaus (IFAM – CMDI).

Os parâmetros experimentais foram tensão de 30 Kv, corrente de 10 mA, faixa de varredura 5° > 2θ > 80°, ânodo de cobre (λ = 1,541 Å), passo angular 0,02°. Os padrões obtidos foram comparados com os encontrados no *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Os dados foram plotados no software Origin 2018 versão 8.0 (OriginLab Corporation).

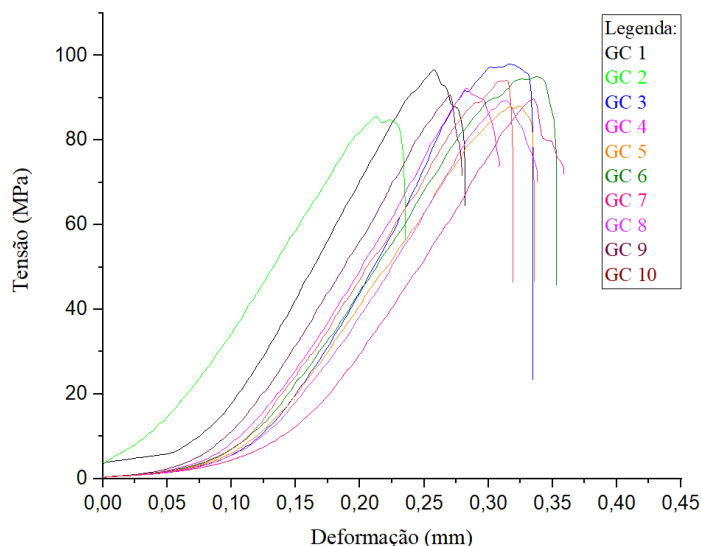
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Resistência à compressão axial e diametral

Após o tratamento dos dados resultantes do ensaio calculou-se as médias e desvio-padrão dos 4 grupos. Há diferença significativa entre os pontos da máxima deformação (tabela 3). O grupo controle (figura 27) apresentou média de 91,52 (± 3,36) MPa, a qual de acordo com a norma utilizada deveria ser no mínimo de 100 MPa. Em seus estudos Menezes-Silva encontrou como média no seu grupo controle de 23,66 (8,48) MPa (MENEZES-SILVA et al., 2015), em outro encontrou de 49,15 (± 46,00) MPa (MENEZES-SILVA et al., 2016), no mais

recente foi de 98,42 ( $\pm 3,67$ ) MPa (MENEZES-SILVA et al., 2019a). Outro autor encontrou no GC a média de 104 MPa (CHO et al., 1999).

Figura 26 Tensão X Deformação grupo controle



Fonte: autor

A diferença entre primeiros estudos do Menezes-Silva (2015, 2016) é que não foi informado qual a marca do ionômero utilizado e como foi demonstrado em sua pesquisa de 2019 há diferenças significativas entre as marcas escolhidas. O resultado do neste estudo aproxima-se do encontrado no seu estudo de 2019, sendo em ambos estudos utilizado a mesma marca de ionômero.

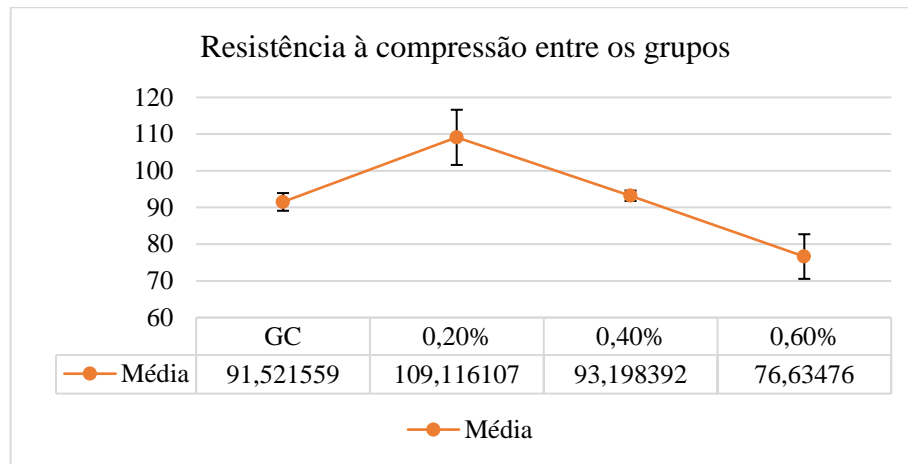
A principal diferença encontra-se no método de armazenamento dos CPs, sendo escolhida a vaselina líquida. Escolheu-se com base no manual Perfil Técnico do fabricante (FGM, 2011), que afirma uma resistência de 102,4 ( $\pm 6,2$ ) MPa. A figura 26 demonstra que as médias segundo a análise de variância possuem diferenças significativas, sendo o melhor resultado o com adição de 0,2% de CNC.

Tabela 3 Média e DP resistência máxima à compressão

Resistência máxima à compressão				
Grupo	Média (MPa)	Desvio-padrão	<i>p</i>	<i>Post-hoc</i>
GC	91,52	$\pm 3,36$		A
0,2%	109,11	$\pm 10,51$	<0,05	B
0,4%	93,19	$\pm 1,97$		A
0,6%	76,63	$\pm 8,49$		C

Fonte: autor

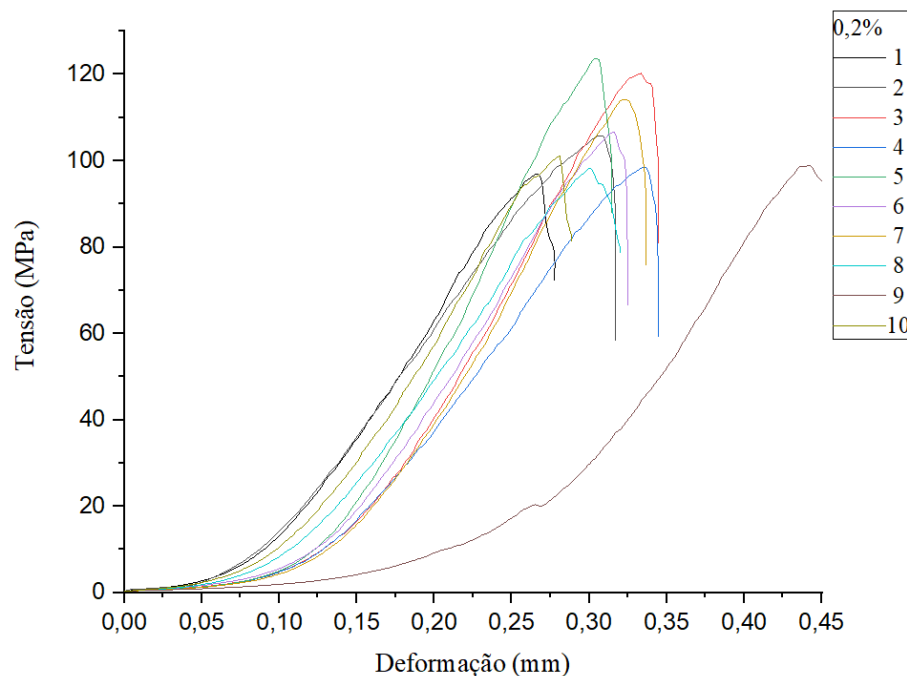
Figura 27 Distribuição das médias e desvio padrão da resistência à compressão



Fonte: autor

O grupo com adição de 0,2% (figura 28) apresentou média de 109,11 ( $\pm 10,51$ ) MPa, um aumento de 19% quando comparado ao grupo controle. O grupo com adição de 0,4% um aumento de 1,8% e o de 0,6% uma diminuição de 16%.

Figura 28 Tensão X Deformação grupo adição de 0,2%



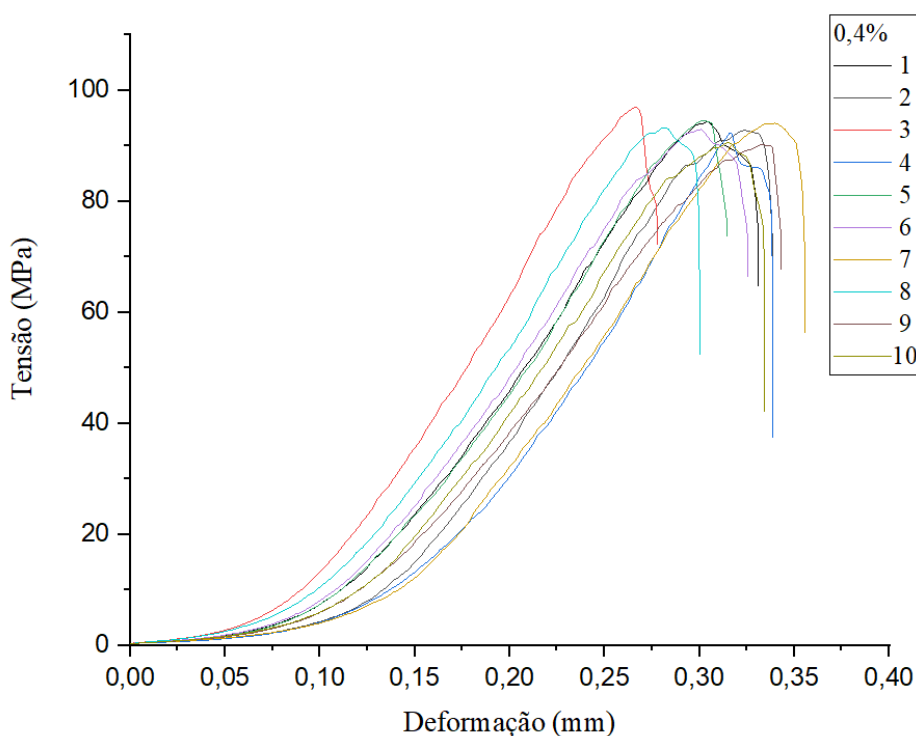
Fonte: autor

O grupo com adição de 0,4% (figura 29) neste estudo não se aproximou aos resultados obtidos por Menezes-Silva (2016). Ele afirma ter encontrado 103,22 ( $\pm 26,42$ ) MPa e nesse



estudo é apontado como o melhor resultado de adição. No entanto no estudo mais recente de 2019 o único percentual de peso de CNC testado foi de 0,2% em diversas marcas. Em todas ele obteve aumento significativo da resistência. O grupo com adição 0,2% obteve o melhor resultado dentre os grupos. No seu estudo de 2016, Menezes-Silva encontrou um resultado de 57,57 ( $\pm 17,46$ ) MPa, já no de 2019 de 130,28 ( $\pm 25,30$ ) MPa.

Figura 29 Tensão X Deformação grupo adição de 0,4%



Fonte: autor

Como foi comentado previamente a diferença entre este estudo e do autor mencionado foi a forma de armazenamento. Outra diferença foi o instrumento utilizado para inserção do material na matriz, neste foi espátula de inserção e calcadores, no dele seringa. A escolha do método de inserção baseou-se nos resultados do estudo piloto, onde obtiveram-se resultados de resistência à compressão inferiores nos grupos com a seringa *Centrix* (DLF, Rio de Janeiro, Brasil). Não foi esclarecido qual seringa o autor utilizou, mas notamos a dificuldade de o material ser expelido pela ponta da *Centrix*, principalmente pelo fato de que o material fica mais viscoso após a adição dos nanocristais. Outro ponto é o tipo de CNC utilizado. O autor Menezes-Silva extraiu os nanocristais de celulose da polpa de eucalipto, o presente estudo utilizou nanocristais obtidos de forma industrial.

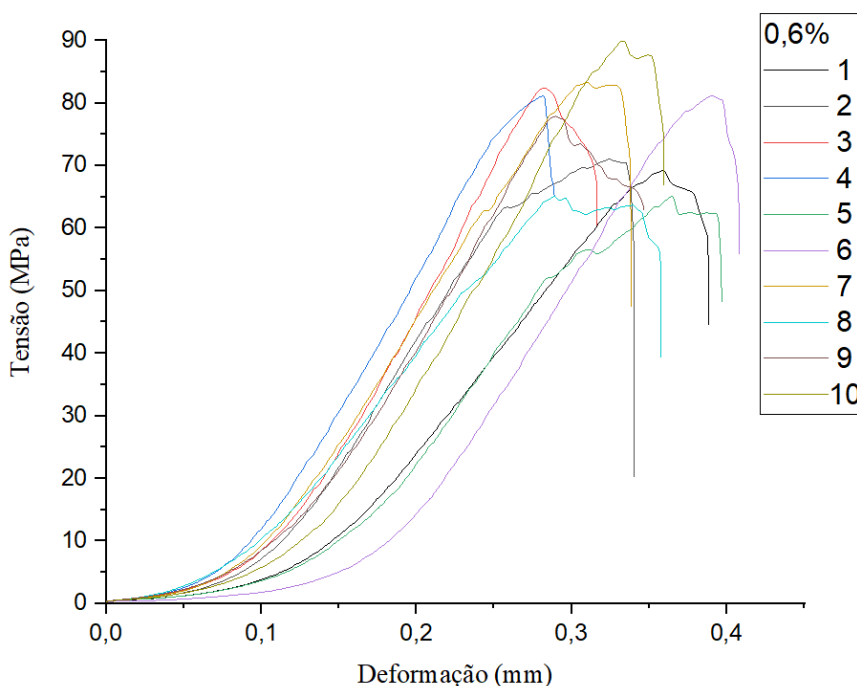


O grupo com adição de 0,6% (figura 30) apresentou média 76,63 ( $\pm 8,49$ ) MPa, em seu estudo de 2016 Menezes-Silva apresentou 74,30 ( $\pm 18,86$ ) MPa. Os resultados estão abaixo do grupo controle o que demonstra que essa adição é o limite que torna o material frágil. Acredita-se que essa redução seja devido a formação de um agregado que não interage com a matriz do ionômero, diferentemente da adição de 0,2% e 0,4% onde a matriz e os nanocristais integram-se.

Em outro estudo afirma-se uma média para o grupo controle de 98 MPa ( $\pm 12,0$ ) para o ionômero da marca GC Fuji IX (GC, Tokyo, Japan), para o Ketac Universal (3M ESPE, Seefeld, Germany) uma média de 71 MPa ( $\pm 7,0$ ). Nos grupos com adição de 10% do peso de *hollow glass* obteve 96,5 MPa ( $\pm 9,0$ ) (GAROUSHI; VALLITTU; LASSILA, 2016).

O autor Lohbauer *et al.* (2003) encontrou em seu GC uma média de 64 MPa, a qual, após adição de fibras de vidro  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-NaF-AlF}_3\text{-Na}_3\text{AlF}_6$ , aumentou para 170 MPa (LOHBAUER *et al.*, 2003).

Figura 30 Tensão X Deformação grupo adição de 0,6%



Fonte: autor

O módulo de elasticidade (tabela 4) do grupo 0,2% mostra um aumento de 5% quando comparado ao GC, já o de 0,4% um aumento de 2% e o de 0,6% uma diminuição de 13%. Em seus estudos Menezes-Silva afirma ter encontrado para o GC um módulo de

elasticidade de 512,61 MPa ( $\pm 205,61$ ), para o 0,2% de 1321,03 MPa ( $\pm 532,81$ ), para o 0,4% de 1337,75 MPa ( $\pm 215,32$ ), para o de 0,6% de 1370,34 MPa ( $\pm 223,19$ ) (MENEZES-SILVA et al., 2019a) (MENEZES-SILVA et al., 2016). Em um estudo mais antigo (MENEZES-SILVA et al., 2015), encontrou um módulo de elasticidade no grupo controle de 1 GPa ( $\pm 1,53$ ), estando abaixo do valor obtidos neste estudo.

Tabela 4 Módulo de elasticidade

<b>Módulo de Elasticidade</b>				
<b>Grupo</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>Desvio-Padrão</b>	<b><i>p</i></b>	<b><i>Post-hoc</i></b>
GC	1587,53	242,95		AB
0,2%	1673,12	297,89	<0,05	A
0,4%	1559,09	142,32		AB
0,6%	1377,32	205,70		AC

Fonte: autor

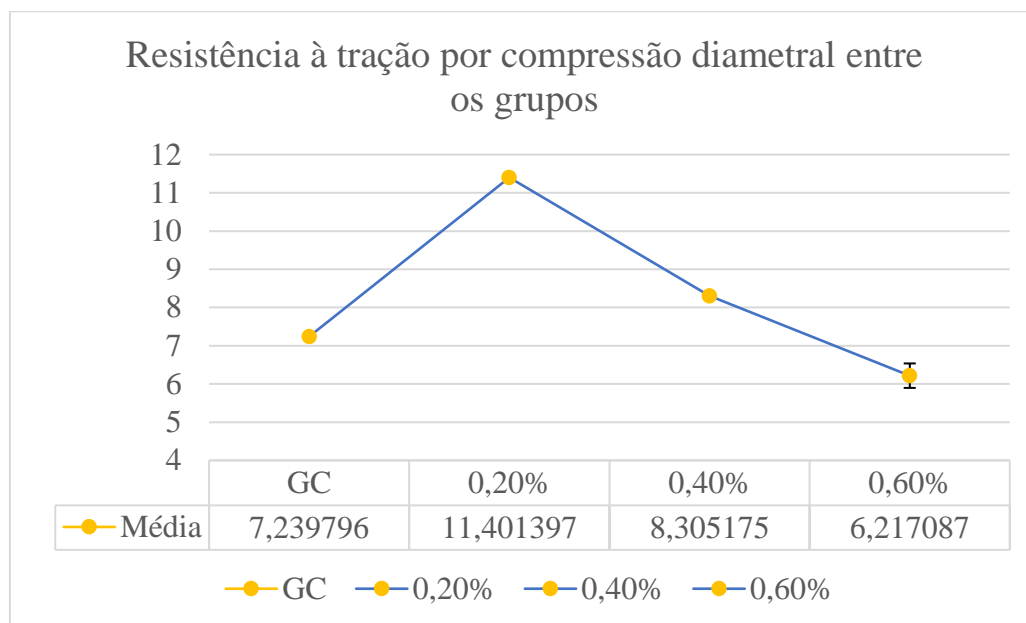
A distribuição de média e desvio-padrão da resistência máxima à compressão por tração diametral estão demonstradas na tabela 5 e 6. As médias segundo a análise de variância possuem diferenças significativas, sendo o melhor resultado o com adição de 0,2% de CNC. Comparando-se com outro estudo que encontrou o resultado de 28,27 MPa ( $\pm 14,27$ ) para o GC, de 48,52 MPa ( $\pm 15,98$ ) para o de 0,2%, de 43,16 MPa ( $\pm 14,39$ ) para o de 0,4%, de 28,86 MPa ( $\pm 9,73$ ) para o de 0,6% (MENEZES-SILVA et al., 2016). Em outro estudo apresentou para o grupo controle média de 16,85 ( $\pm 8,12$ ) MPa e para o grupo com adição de 0,2% média de 24,21 MPa ( $\pm 2,26$ ) (MENEZES-SILVA et al., 2019a).

Tabela 5 Média e DP resistência máxima à compressão por tração diametral

<b>Resistência máxima à compressão por tração diametral</b>				
<b>Grupo</b>	<b>Média</b>	<b>DP</b>	<b><i>p</i></b>	<b><i>Post-hoc</i></b>
GC	7,23	$\pm 0,44$		A
0,2%	11,40	$\pm 1,75$	<0,05	B
0,4%	8,30	$\pm 0,51$		A
0,6%	6,21	$\pm 0,77$		AC

Fonte: autor

Tabela 6 Distribuição das médias e desvio padrão da resistência à tração por compressão diametral



Fonte: autor

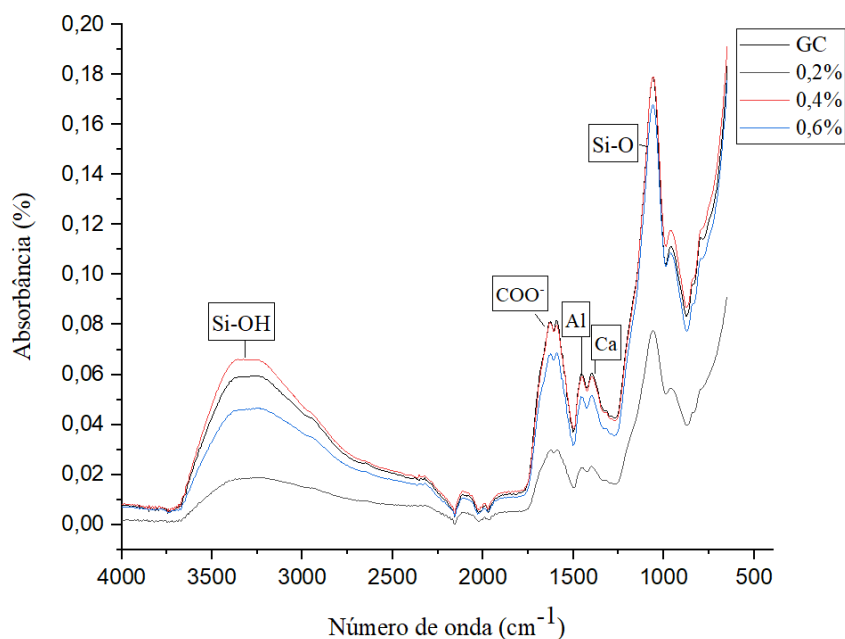
A resistência à tração por compressão diametral encontrada por Cho *et al.* (1999) foi de no grupo controle foi de 19 MPa. (CHO et al., 1999). Em outro estudo afirma-se uma média para o grupo controle de 7,8 MPa ( $\pm 1,7$ ) para o ionômero da marca GC Fuji IX (GC, Tokyo, Japan), para o Ketac Universal (3M ESPE, Seefeld, Germany) uma média de 9,1 MPa ( $\pm 2,9$ ). Nos grupos com adição de 10% do peso de *hollow glass* obteve um aumento de 17,1 MPa ( $\pm 3,5$ ) (GAROUSHI; VALLITTU; LASSILA, 2016).

As médias encontradas para a resistência à compressão por tração diametral diferem das encontradas nos trabalhos de Menezes-Silva *et al.* (2016, 2019), no entanto são semelhantes as encontradas nos estudos de Cho *et al.* (1999) e Garoushi *et al.* (2016). Onde os mesmos avaliaram um ionômero de qualidade superior ao usado neste estudo.

## 5.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Nota-se a presença da banda característica de Si-OH entre  $3500\text{ cm}^{-1}$  e  $3000\text{ cm}^{-1}$ . Entre  $1700\text{ cm}^{-1}$  e  $1730\text{ cm}^{-1}$  a banda característica do grupamento  $\text{COO}^-$ , as quais são bandas referentes as bandas referentes ao estiramento das ligações C—O e C=O do ácido poliacrílico. Nota-se o grupamento do poliacrilato de alumínio, representado por  $\text{Al}^-$  entre as bandas  $1400\text{ cm}^{-1}$  e  $1450\text{ cm}^{-1}$ , que comprova que as ligações Si – O – Al da rede vítrea foram hidrolisadas pelo ácido poliacrílico.

Figura 31 FTIR dos 4 grupos



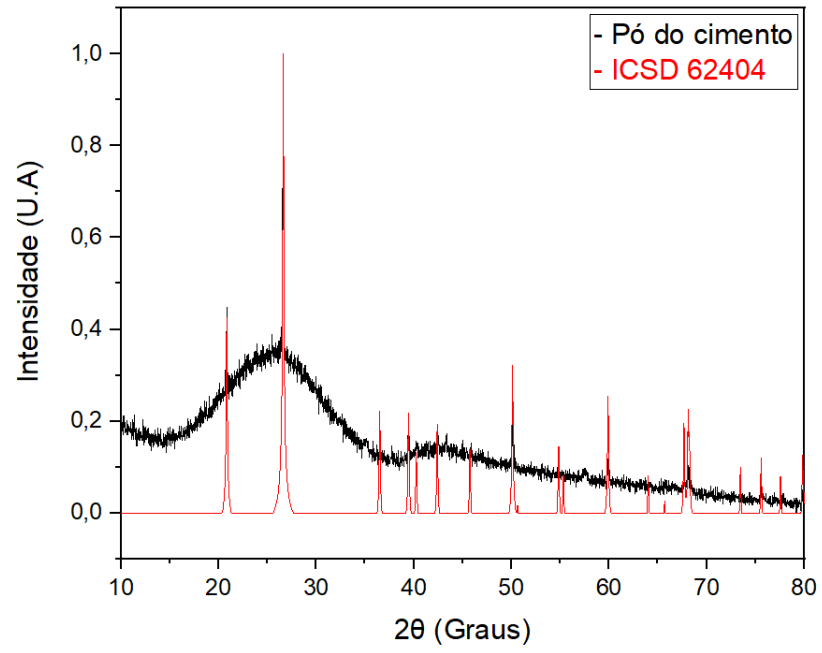
Fonte: autor

O poliacrilato de cálcio foi representado por  $\text{Ca}^-$  e encontra-se entre  $1400 \text{ cm}^{-1}$  e  $1410 \text{ cm}^{-1}$ . O grupamento  $\text{Si-OH}$  encontra-se entre  $1180 \text{ cm}^{-1}$  e  $1190 \text{ cm}^{-1}$ , o qual apresenta uma banda referente ao estiramento assimétrico das ligações  $\text{Si-O}$  da rede vítrea. Com base na análise dos espectros pode-se afirmar que não há diferença de ligação química entre o ionômero de vidro com e sem adição de CNC (BERTOLINI et al., 2005; MENEZES-SILVA et al., 2019a, 2016; WAN; YAP; HASTINGS, 1999; YIP; TO, 2005).

### 5.3 Difractometria de Raios X (DRX)

A partir da análise de DRX obteve-se o padrão abaixo do pó do ionômero de vidro (figura 32). Em vermelho o padrão do quartzo alpha (ICSD 62404) o qual é compatível com os picos mais intensos em  $20^\circ$ ,  $25^\circ$ ,  $50^\circ$  e  $68^\circ$  e diversos picos menores. O padrão do pó do ionômero de vidro é predominantemente amorfo, com algumas fases cristalinas, portanto é um material semicristalino, vitro-cerâmico. O principal composto do pó é o vidro de alumínio-silicato. Observa-se que o óxido de alumínio não apresenta fase cristalina e por isso não foi possível compará-lo ao padrão obtido (CORRÊA; OGASAWARA, 2006; FREIRE et al., 2013; MOSHAVERINIA et al., 2008; WANDERLEY et al., 2019).

Figura 32 Padrão de DRX do pó do ionômero de vidro



Fonte: autor

## 6 CONCLUSÕES

Foi possível a caracterização das ligações químicas por meio do FTIR e comprovar que não há mudanças significativas após a adição de CNC. As características mecânicas, principalmente a resistência à compressão, são fundamentais para compreender o ionômero de vidro. Entende-se que após a adição de 0,2% de CNC houve um aumento da resistência mecânica.

Desde a sua criação o ionômero de vidro é um material promissor e que possui utilidade na odontologia diariamente. No entanto, sua baixa resistência o torna limitado. É importante ressaltar que existem diferenças significativas quanto a resistência à compressão e ao preço entre as diversas marcas existentes no mercado. Materiais importados apresentam uma ótima resistência, no entanto um preço elevado.

Ao solucionar a sua baixa resistência por meio da adição de nanocelulose, será possível proporcionar a comunidade odontológica e a sociedade como um todo um material excepcional. Somando os seus benefícios ao ter um material restaurador resistente, que libera flúor, tem adesão à estrutura dentária e, em alguns casos, não precisa de materiais de custo elevado, como fotopolimerizador, caneta de alta rotação, compressor de ar. Podendo ser usado em locais distantes, isolados geograficamente, na técnica de ART (remoção do tecido cariado de forma manual e restauração com ionômero de vidro) ou outras técnicas restauradoras.

## 7 TRABALHOS FUTUROS

Com base nesta pesquisa, sugere-se outras atividades a fim de caracterizar e melhorar o produto final obtido:

1. Análise de microscopia eletrônica de varredura para caracterizar a superfície do ionômero e a interação com os CNC.
2. Análise elementar por meio da fluorescência de raios-X, a fim de determinar os elementos presentes.
3. Testes de biocompatibilidade *in vivo*.
4. Teste de tempo de presa para avaliar a trabalhabilidade do ionômero de vidro.
5. Teste de microdureza como forma de melhor entender as propriedades mecânicas.
6. Variações da metodologia apresentada como armazenamento em saliva artificial.
7. Testar diferentes marcas de ionômero comercialmente disponível, uma vez que como diversos estudos apontaram há diferenças no comportamento mecânico dentre as marcas.
8. Teste de solubilidade, uma vez que é um material higroscópico e que pode ter essa característica melhorada ou não pela adição do CNC.
9. Testar adição de outros agentes de reforço promissores como dióxido de titânio, grafeno, hidroxiapatita.
10. Testar adição de nanofibrilas e nanolignina de celulose.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDUL KHALIL, H. P. S. et al. A review on chitosan-cellulose blends and nanocellulose reinforced chitosan biocomposites: Properties and their applications. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 150, p. 216–226, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.028>>

ANUSAVICE, Kenneth; SHEN, Chiayi; RAWLS, Ralph. **Phillips Materiais Dentários**. 12<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.

BAIG, Mirza Shahzad; FLEMING, Garry J. P. Conventional glass-ionomer materials: A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. **Journal of Dentistry**, [s. l.], v. 43, n. 8, p. 897–912, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.004>>

BERTOLINI, Marcio José et al. Artigo. [s. l.], v. 28, n. 5, p. 813–816, 2005.

BHAT, A. H. et al. Cellulose an ageless renewable green nanomaterial for medical applications: An overview of ionic liquids in extraction, separation and dissolution of cellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 129, p. 750–777, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.190>>

CEVALLOS GONZÁLEZ, Fabricio Marcelo et al. Effects of theobromine addition on chemical and mechanical properties of a conventional glass ionomer cement. **Progress in Biomaterials**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 23–29, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s40204-019-0107-8>>

CHO, George C. et al. Diametral and compressive strength of dental core materials. [s. l.], [s.d.].

CORRÊA, Luis Gustavo Pessoa; OGASAWARA, Tsuneharu. Estudos comparativos de alguns cimentos ionoméricos convencionais. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 297–305, 2006.

DOWLING, A. H.; SCHMITT, W. S.; FLEMING, G. J. P. Modification of titanium dioxide particles to reinforce glass-ionomer restoratives. **Dental Materials**, [s. l.], v. 30, p. e159–e160, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.08.324>>

DUFRESNE, Alain. Nanocellulose: A new ageless bionanomaterial. **Materials Today**, [s. l.], v. 16, n. 6, p. 220–227, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mattod.2013.06.004>>

E BAHSI, S SAGMAK, B. Dayi; , O CELLIK, Z. Akkus. Types of Glass Ionomer Cements. [s. l.], p. 961–970, 2019.



ELSAKA, Shaymaa E.; HAMOUDA, Ibrahim M.; SWAIN, Michael V. Titanium dioxide nanoparticles addition to a conventional glass-ionomer restorative: Influence on physical and antibacterial properties. **Journal of Dentistry**, [s. l.], v. 39, n. 9, p. 589–598, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2011.05.006>>

FAREED, Muhammad A.; STAMBOULIS, Artemis. Nanoclay addition to a conventional glass ionomer cements: Influence on physical properties. **European Journal of Dentistry**, [s. l.], v. 8, n. 4, p. 456–463, 2014.

FGM. **Perfil Técnico** Joinville, SCFGM, , 2011. Disponível em: <[www.fgm.ind.br](http://www.fgm.ind.br)>

FOOK, A C. B. M. et al. Materiais odontológicos : Cimentos de ionômero de vidro. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, [s. l.], v. 3, n. 1, p. 40–45, 2008. Disponível em: <<http://dema.ufcg.edu.br/revista/index.php/REMAP/article/viewFile/52/86>>

FREIRE, W. P. et al. Desenvolvimento e caracterização microestrutural e mecânica de cimentos de ionômero de vidro. [s. l.], v. 2, p. 87–95, 2013.

GAROUSHI, Sufyan; VALLITTU, Pekka; LASSILA, Lippo. Hollow glass fibers in reinforcing glass ionomer. **Dental Materials**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. e86–e93, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.004>>

HALIB, Nadia et al. Potential applications of nanocellulose-containing materials in the biomedical field. **Materials**, [s. l.], v. 10, n. 8, p. 1–31, 2017.

HOUGHTON, R. A.; HOLE, Woods. Quantities of Biomass Importance. **Small**, [s. l.], n. 1990, p. 448–453, 2008.

JOHANSSON, Caisa et al. Renewable fibers and bio-based materials for packaging applications - A review of recent developments. **BioResources**, [s. l.], v. 7, n. 2, p. 2506–2552, 2012.

KANTENBACHER, Joe. **Renewable Energy**. [s.l.] : Elsevier Inc., 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-85617-804-4.00005-7>>

KARGARZADEH, Hanieh et al. Recent developments on nanocellulose reinforced polymer nanocomposites: A review. **Polymer**, [s. l.], v. 132, p. 368–393, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2017.09.043>>

KENT, Brian E.; LEWIS, Brian G.; WILSON, Alan D. Glass Ionomer Cement Formulations: I. The Preparation of Novel Fluoroaluminosilicate Glasses High in Fluorine. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 58, n. 6, p. 1607–1619, 1979.

KOBAYASHI, Masahiro et al. Strengthening of glass-ionomer cement by compounding short fibres with CaO-P2O5-SiO2-Al2O3 glass. **Biomaterials**, [s. l.], v. 21, n. 20, p. 2051–2058, 2000.

LEE, Koon Yang et al. On the use of nanocellulose as reinforcement in polymer matrix composites. **Composites Science and Technology**, [s. l.], v. 105, p. 15–27, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.08.032>>

LIN, Ning; DUFRESNE, Alain. Nanocellulose in biomedicine: Current status and future prospect. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 59, p. 302–325, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.07.025>>

LIN, Ning; HUANG, Jin; DUFRESNE, Alain. Preparation, properties and applications of polysaccharide nanocrystals in advanced functional nanomaterials: A review. **Nanoscale**, [s. l.], v. 4, n. 11, p. 3274–3294, 2012.

LOHBAUER, Ulrich et al. Reactive fibre reinforced glass ionomer cements. **Biomaterials**, [s. l.], v. 24, n. 17, p. 2901–2907, 2003.

LOOW, Yu Loong et al. Potential use of deep eutectic solvents to facilitate lignocellulosic biomass utilization and conversion. **Cellulose**, [s. l.], v. 24, n. 9, p. 3591–3618, 2017.

LOPES, Célia Maria Condeixa de França. **APLICABILIDADE DO CIMENTO DE CARBÔMERO DE VIDRO NO TRATAMENTO RESTAURADOR ATRAUMÁTICO: AVALIAÇÃO LABORATORIAL E CLÍNICA**. 2018. [s. l.], 2018.

LUCAS, Milanita E.; ARITA, Kenji; NISHINO, Mizuho. Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. **Biomaterials**, [s. l.], v. 24, n. 21, p. 3787–3794, 2003.

MENEZES-SILVA, Rafael et al. Effects of the reinforced cellulose nanocrystals on glass-ionomer cements. [s. l.], n. 2018, p. 1–10, 2019. a.

MENEZES-SILVA, Rafael et al. Mechanical and optical properties of conventional restorative glass- ionomer cements - a systematic review Abstract. [s. l.], p. 1–9, 2019. b.

MENEZES-SILVA, Rafael M. et al. Dental glass ionomer cement reinforced by cellulose micro fi bers and cellulose nanocrystals. **Materials Science & Engineering C**, [s. l.], v. 58, p. 389–395, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2015.08.041>>

MENEZES-SILVA, Rafael Menezes et al. Addition of mechanically processed cellulosic fibers to ionomer cement: mechanical properties. **Brazilian oral research**, [s. l.], v. 29, n. 1, p. 1–8, 2015.

MENEZES-SILVA, Rafael; PEREIRA, Fabiano Vargas; SANTOS, Maria Helena. Biocompatibility of a New Dental Glass Ionomer Cement with Cellulose Microfibers and Cellulose Nanocrystals. [s. l.], v. 28, p. 172–178, 2017.

MENNE-HAPP, Ulrike; ILIE, Nicoleta. Effect of gloss and heat on the mechanical

behaviour of a glass carbomer cement. **Journal of Dentistry**, [s. l.], v. 41, n. 3, p. 223–230, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2012.11.005>>

MISHRA, Raghvendra Kumar; SABU, Arjun; TIWARI, Santosh K. Materials chemistry and the futurist eco-friendly applications of nanocellulose: Status and prospect. **Journal of Saudi Chemical Society**, [s. l.], v. 22, n. 8, p. 949–978, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jscs.2018.02.005>>

MOBERG, Matthew et al. Physical property investigation of contemporary glass ionomer and resin-modified glass ionomer restorative materials. **Clinical Oral Investigations**, [s. l.], v. 23, n. 3, p. 1295–1308, 2019.

MOHEET, Imran Alam et al. Evaluation of mechanical properties and bond strength of nano-hydroxyapatite-silica added glass ionomer cement. **Ceramics International**, [s. l.], v. 44, n. 8, p. 9899–9906, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.03.010>>

MOSHAVERINIA, Alireza et al. Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements ( GIC ). [s. l.], v. 4, p. 432–440, 2008.

NAKATANI, MARIANA KYOSEN. **Caracterização química e estrutural de cimentos de ionômero de vidro**. 2013. UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS, [s. l.], 2013.

OLDFIELD, C. W. B.; ELLIS, Bryan. Fibrous reinforcement of glass-ionomer cements. **Clinical Materials**, [s. l.], v. 7, n. 4, p. 313–323, 1991.

OTHMAN et al. Nanocellulose: Preparation methods and applications. In: **Cellulose-Reinforced Nanofibre Composites: Production, Properties and Applications**. [s.l: s.n.]. p. 261–276.

PHANTHONG, Patchiya et al. Nanocellulose: Extraction and application. **Carbon Resources Conversion**, [s. l.], v. 1, n. 1, p. 32–43, 2018.

PORENCZUK, Alicja et al. A comparison of the remineralizing potential of dental restorative materials by analyzing their fluoride release profiles. **Advances in Clinical and Experimental Medicine**, [s. l.], v. 28, n. 6, p. 0–0, 2019.

POSTEK, Michael T. et al. Development of the metrology and imaging of cellulose nanocrystals. **Measurement Science and Technology**, [s. l.], v. 22, n. 2, 2011.

SALAS, Carlos et al. Nanocellulose properties and applications in colloids and interfaces. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, [s. l.], v. 19, n. 5, p. 383–396, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cocis.2014.10.003>>

SHAHID, S. et al. Glass ionomer cements : Effect of strontium substitution on esthetics , radiopacity and fluoride release. **Dental Materials**, [s. l.], v. 30, n. 3, p. 308–313, 2013.

Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2013.12.003>>

SHAK, Katrina Pui Yee; PANG, Yean Ling; MAH, Shee Keat. Nanocellulose: Recent advances and its prospects in environmental remediation. **Beilstein Journal of Nanotechnology**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 2479–2498, 2018.

SHANKARAN, Dhesingh Ravi. **Cellulose Nanocrystals for Health Care Applications**. [s.l.] : Elsevier Ltd., 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-101971-9.00015-6>>

SIDHU, Sharanbir; NICHOLSON, John. A Review of Glass-Ionomer Cements for Clinical Dentistry. **Journal of Functional Biomaterials**, [s. l.], v. 7, n. 3, p. 16, 2016.

SILVA, Raphaela Juvenal Da et al. Glass ionomer cements properties: a systematic review. **Odontologia Clínica e Científica**, [s. l.], v. 9, n. 2, p. 125–129, 2010.

SILVA, R. M. et al. Effects of cellulose fibers on the physical and chemical properties of glass ionomer dental restorative materials. **Materials Research Bulletin**, [s. l.], v. 48, n. 1, p. 118–126, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.materresbull.2012.10.016>>

SILVA, Rafael Menezes. Compósitos De Cimento Ionomérico Modificados Com Fibras Celulósicas: Caracterização, Comportamento Mecânico, Atividade Antimicrobiana E Biocompatibilidade. [s. l.], p. 114, 2013.

SPAJIC, Jelena et al. Effects of curing modes on the microhardness of resin-modified glass ionomer cements. **Acta Stomatologica Croatica**, [s. l.], v. 53, n. 1, p. 37–46, 2019.

STAMBOULIS, Artemis; HILL, Robert G.; LAW, Robert V. Structural characterization of fluorine containing glasses by  $^{19}\text{F}$ ,  $^{27}\text{Al}$ ,  $^{29}\text{Si}$  and  $^{31}\text{P}$  MAS-NMR spectroscopy. **Journal of Non-Crystalline Solids**, [s. l.], v. 351, n. 40–42, p. 3289–3295, 2005.

WALLS, A. W. G. et al. The properties of a glass polyalkenoate (ionomer) cement incorporating sintered metallic particles. **Dental Materials**, [s. l.], v. 3, n. 3, p. 113–116, 1987.

WAN, Andrew C. A.; YAP, Adrian U. J.; HASTINGS, Garth W. Acid-base complex reactions in resin-modified and conventional glass ionomer cements. **Journal of Biomedical Materials Research**, [s. l.], v. 48, n. 5, p. 700–704, 1999.

WANDERLEY, Francisco et al. Utilização do ionômero de vidro em odontopediatria Glass Ionomer cement in pediatric dentistry. [s. l.], v. 10, n. 1, p. 13–17, 2011.

WANDERLEY, Francisco et al. Progress in Polymer Science Recent advances in surface-modified cellulose nanofibrils. **Dental Materials**, [s. l.], v. 53, n. 2, p. 1689–1699, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.05.012>>

WILSON, A. D. A hard decade's work: Steps in the invention of the glass-ionomer cement. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 75, n. 10, p. 1723–1727, 1996.

WILSON, A. D.; CRISP, S.; FERNER, A. J. Reactions in Glass-Ionomer Cements: IV. Effect of Chelating Comonomers on Setting Behavior. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 55, n. 3, p. 489–495, 1976.

WILSON, Alan D.; BATCHELOR, Reginald F. Dental Silicate Cements: III. Environment and Durability. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 47, n. 1, p. 115–120, 1968.

YIP, H. K.; TO, W. M. An FTIR study of the effects of artificial saliva on the physical characteristics of the glass ionomer cements used for art. [s. l.], p. 695–703, 2005.

YLI-URPO, Helena et al. Color stability, roughness, and water sorption/solubility of glass ionomer-Based restorative materials. **Nigerian Journal of Clinical Practice**, [s. l.], v. 53, n. 6, p. 824–832, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2019.03.012>>

## 9. APÊNDICE

### 9.1 ANOVA – Teste de Resistência à compressão

Legenda:      médias com diferença estatisticamente significativa

#### RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>	<i>DP</i>	<i>IC</i>	<i>LI</i>	<i>LS</i>
GC	10	915,2156	91,522	11,32802	3,365713	2,41	89,11387	93,92924
0,2	10	1091,161	109,116	110,5151	10,51261	7,52	101,5958	116,6364
0,4	10	931,9839	93,198	3,889348	1,972143	1,41	91,78761	94,60918
0,6	10	766,3476	76,635	72,21858	8,498152	6,08	70,55555	82,71397

Fonte: autor

#### ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	5291,905	3	1763,96844	35,64455	7,09E-11	2,8662656
Dentro dos grupos	1781,559	36	49,4877525			
Total	7073,464	39				

Fonte: autor

### 9.2 ANOVA – Teste de resistência à tração por compressão diametral

#### RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>	<i>DP</i>	<i>IC</i>	<i>LI</i>	<i>LS</i>
GC	10	72,39796	7,239796	0,200037	0,447255	0,319947	6,919849	7,559743
0,2	10	114,014	11,401397	3,07561	1,753742	1,254551	10,14685	12,65595
0,4	10	83,05175	8,305175	0,261102	0,510982	0,365534	7,939641	8,670709
0,6	10	62,17087	6,217087	0,597384	0,772906	0,552904	5,664183	6,769991

Fonte:autor

#### ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	150,8092	3	50,269718	48,63869	9,54E-13	2,866266
Dentro dos grupos	37,20721	36	1,0335336			
Total	188,0164	39				